

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC

MÉMOIRE PRÉSENTÉ À
L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

COMME EXIGENCE PARTIELLE
À L'OBTENTION DE LA
MAITRISE EN GÉNIE
M.Eng.

PAR
ABDERRAZAK DABBAGUI

CONCEPTION D'UNE SPECTROSCOPIE DIÉLECTRIQUE DANS LE DOMAINE
TEMPOREL ET FRÉQUENTIEL POUR LES SYSTÈMES D'ISOLATION
EN ÉLECTROTECHNIQUE :
APPLICATIONS POUR LES MATÉRIAUX COMPOSITES RENFORCÉS
PAR DES PARTICULES

MONTRÉAL, LE 03 JUILLET 2006

© droits réservés de abderrazak dabbagui

CE MÉMOIRE A ÉTÉ ÉVALUÉ
PAR UN JURY COMPOSÉ DE :

M. Éric David, directeur de mémoire
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Jacques Masounave, président du jury
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Martin Viens, membre du jury
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

IL A FAIT L'OBJET D'UNE SOUTENANCE DEVANT JURY ET PUBLIC

LE 22 JUIN 2006

À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

**CONCEPTION D'UN SPECTROSCOPIE DIÉLECTRIQUE DANS LE
DOMAINE TEMPORELLE ET FRÉQUENTIELLE POUR LES SYSTÈMES
D'ISOLATION EN ÉLECTROTECHNIQUE :
APPLICATIONS POUR LES MATÉRIAUX COMPOSITES RENFORCÉS
PAR DES PARTICULES**

Abderrazak Dabbagui

SOMMAIRE

Le présent travail porte sur les techniques de contrôle non destructif utilisés pour l'identification et le diagnostic des systèmes d'isolation en électrotechnique. Ces méthodes de contrôle sont appliquées sur des matériaux composites polymériques. En effet, ces matériaux sont des matrices isolantes, c'est-à-dire de l'époxy pur, renforcées par des particules, notamment de carbure de silicium (SiC) et d'alumine (Al_2O_3)).

La spectroscopie temporelle est une méthode de diagnostic global accessible industriellement et qui permet d'identifier les caractéristiques liées à la dégradation globale des systèmes d'isolations en électrotechnique (enroulement des Hydro - générateurs, transformateurs, câbles de transport, polymères...) en un temps minimum et constitue un des meilleurs choix technologiques parmi les méthodes disponibles.

Pour mettre en application cette méthode, nous avons développé un prototype qui permet de lire des courants de polarisation et de dépolarisation suite à l'application d'un échelon de tension en continu sur des échantillons de matériaux composites polymériques préparés au laboratoire des matériaux.

Les résultats obtenus sont comparés avec des mesures fréquentielles qui, bien que demandant un peu plus d'interprétation, peuvent fournir aussi des renseignements en temps réel. L'ensemble des essais expérimentaux au cours de ce travail confirme la dépendance de la taille de grain de renfort sur la constante diélectrique. Ces essais ont été comparés avec des modèles de mélange existants dans la littérature. Ces derniers ne donnent pas une bonne concordance avec les mesures expérimentales pour la permittivité complexe.

L'augmentation de la conductivité au-dessus du seuil de percolation est dépendante du nombre de contacts de grain- à- grain de particules de renfort.

Mots clefs : système d'isolation, composite renforcé par des particules, permittivité complexe, conductivité électrique.

**SPECTROSCOPY DIELECTRIC IN THE FIELD TEMPORAL AND
FREQUENTIELLE FOR THE SYSTEM OF INSULATION IN ELECTRICAL
ENGINEERING:
APPLICATIONS FOR COMPOSITE MATERIALS REINFORCED BY
PARTICLES**

Abderrazak Dabbagui

ABSTRACT

This work concerns the techniques of non destructive testing used for the identification and the diagnosis of insulation systems in electrical engineering. These control methods are applied to polymeric composite materials. Indeed, these materials are insulating matrices of pure epoxy reinforced by particles, silicon carbide (SiC) and alumina (Al_2O_3)).

The temporal spectroscopy is a method of diagnosis accessible industrially and making possible to identify the characteristics related to the total degradation of the insulations systems in electrical engineering (Hydro - generators, transformers, transport and distribution cables, polymers...) in a minimum time and constitutes one of the best technological choice among those available.

To apply this method, we developed a prototype which makes possible to read currents of polarization and depolarization based on the technique of superposition following the application of step voltage on samples of polymeric composite materials prepared in the laboratory. The results obtained are compared with frequency domain measurements which, although requiring a little more interpretation, can also provide information in real time.

All the experimental tests of this work confirm the dependence of the reinforcement size of grain on the dielectric constant. These tests were compared with some models existing in the literature which did not give a good agreement for the complex permittivity.

The increase in conductivity above the threshold of percolation is mainly related to the increase of the number of grain - to - grain contact of reinforced particles.

Keywords: insulation system, particle reinforced composites, electrical conductivity, complex permittivity.

AVANT-PROPOS ET REMERCIEMENTS

Ce travail a été effectué au sein du Laboratoire de Haute Tension et d'Essai Diélectrique (LAHATED) et en partie au laboratoire de recherche en matériaux et équipements de protection utilisés en santé et sécurité du travail. Ce travail a bénéficié du soutien financier du directeur de recherche M. Éric David.

Je remercie en premier lieu M. Éric David, directeur de mémoire et professeur au département de génie mécanique, pour son aide et ses recommandations technologiques ainsi que son support moral durant toute la période du mémoire. Également, je remercie M. Jacques Masounave, professeur à l'École de technologie supérieure, qui a généreusement accepté de présider le jury. M. Martin Viens, professeur à l'École de technologie supérieure, trouve ici l'expression de ma sincère reconnaissance.

Que tous ceux qui ont, de près ou de loin, participé à la réussite de ce travail soit aussi remerciés. Je tiens à remercier également l'ensemble des chercheurs, techniciens, personnels administratifs, thésards et stagiaires de l'ETS, pour leur contribution de près ou de loin au bon déroulement de ce mémoire. Et que ceux que j'ai oubliés me pardonnent.

...À l'âme de mon père Elhaj Rached

C'était le chemin d'Allah avait étendu devant toi. Je ne pouvais suivre un sentier différent...que ton chemin!

*Toi qui n'étudias jamais, tu me comprends. Je dirai que c'est là mon destin et ma tâche
Et de me souvenir, chaque fois que j'écris, Que ma plume rustique est fille de ta hache.*

*...Et si je vois alors cette larme captive Que jamais la douleur n'a pu faire couler
Je dirai que mes vers sont clairs, simples et franc, Que ma muse au besoin sait être familière.*

Ton petit Habib

TABLE DES MATIÈRES

	Page
SOMMAIRE	iii
ABSTRACT	iv
AVANT-PROPOS ET REMERCIEMENTS	v
LISTE DES TABLEAUX	xi
LISTE DES FIGURES	xii
LISTE DES ABRÉVIATIONS ET SIGLES	xvi
INTRODUCTION	1
CHAPITRE 1 RESUMÉ DE LECTURE	4
1.1 État de l'art.....	4
1.2 Phénomène de dégradation	7
1.3 Norme et méthode DC de diagnostic.....	8
CHAPITRE 2 MATÉRIAUX DIÉLECTRIQUES.....	10
2.1 Introduction.....	10
2.2 Matériaux isolants, semi-conducteurs et conducteurs	10
2.3 Les classes de matériaux isolants.....	15
2.4 Dispersion diélectrique	18
2.5 Rigidité diélectrique.....	21
2.6 Conclusion	22
CHAPITRE 3 MESURES DIÉLECTRIQUES	23
3.1 Introduction.....	23
3.2 Généralités sur la théorie des diélectriques.....	23
3.2.1 Potentiel d'un dipôle.....	24
3.2.2 Loi de gauss	26
3.2.3 Polarisation	28
3.2.3.1 Polarisation électronique.....	28
3.2.3.2 Polarisation ionique	29
3.2.3.3 Polarisation d'orientation.....	29
3.3 Courant dans le domaine de temps	30
3.3.1 Généralité.....	30
3.3.2 Géométrie plan-plan	33
3.3.3 Polarisation de Maxwell Wagner.....	34
3.4 Mesure des diélectriques.....	36
3.4.1 Mesures dans le domaine du temps	36
3.4.1.1 Le courant capacitif ($I_{cap}(t)$)	39

3.4.1.2	Le courant de conduction directe ($I_f(t)$)	40
3.4.1.3	Le courant d'absorption ou de relaxation diélectrique ($I_{abs}(t)$).....	40
3.4.1.4	Les courants de charge et de décharge.....	41
3.4.1.5	Normalisation par la capacité	42
3.4.1.6	Correction du courant de décharge	43
3.4.2	Mesures dans le domaine des fréquences	45
3.4.2.1	La Méthode non destructive.....	45
3.4.2.2	Transformation des données temporelles dans le domaine des fréquences.....	46
3.5	Méthodes temporelles de diagnostic des systèmes d'isolations	49
3.5.1	Méthode d'échelons de tension.....	49
3.5.2	Méthode en rampe de tension	50
3.5.3	Méthode de tension de retour.....	51
3.6	Effet de charge et de décharge	52
3.6.1	Effet du temps de charge	52
3.6.2	Effet du temps de décharge.....	54
3.6.3	Effet des conditions environnementales	56
3.7	Instrumentation de laboratoire pour des mesures spectroscopiques..... dans le domaine du temps (TDS).....	57
3.8	Conclusion	60
CHAPITRE 4 CARACTÉRISATIONS ÉLECTRIQUES DE MATÉRIAUX		
	COMPOSITES.....	61
4.1	Introduction.....	61
4.2	Généralités des matériaux composites.....	62
4.3	Méthodes non destructives des matériaux composites	63
4.3.1	Méthode d'ultrasons	63
4.3.2	Mesure de la permittivité complexe.....	64
4.4	Étude expérimentale	68
4.4.1	Procédure de fabrication	68
4.4.2	Types des échantillons obtenus.....	69
4.4.3	Dimensions et mode d'emploi des échantillons	72
4.5	Étude de la permittivité théorique pour les matériaux composites.....	76
4.5.1	Limites de Wiener.....	78
4.5.2	Modèle de Maxwell Wagner - Sillars	79
4.5.3	Modèle de loi des puissances.....	81
4.5.4	Modèle de Bruggeman.....	81
4.5.5	Modélisation de la conductivité.....	82
4.6	Conclusion	82
CHAPITRE 5 CONCEPTION DU SYSTÈME DE MESURE.....		83
5.1	Choix du logiciel, d'électromètre et de système d'acquisition.....	83
5.2	Logiciel [43]	83
5.2.1	Matériel requis	83

5.2.2	Fonctionnement du logiciel LabVIEW	84
5.2.3	Conception et Organigramme	84
5.2.4	Page de démarrage	86
5.2.5	Page des variables globales	87
5.2.6	Code source	88
5.2.7	Mise sous tension	88
5.2.8	Ordre de mise sous tension	89
5.2.9	Cycle de charge	89
5.2.10	Cycle de décharge	90
5.2.11	Sauvegarde des données	90
5.3	Électromètre Keithley 6517A	92
5.3.1	Mesure de tension	93
5.3.2	Mesure de courant	94
5.4	Système d'Interfaçage	94
5.4.1	Gamme de produits GPIB	95
5.5	Conclusion	96
CHAPITRE 6 RÉSULTATS DES MESURES		97
6.1	Introduction	97
6.2	Mesure temporelle « TDS » sur les systèmes d'isolation en électrotechnique	97
6.2.1	Bobine de réserve	97
6.2.2	Huile et papiers de transformateur	100
6.3	Mesure temporelle « TDS » sur les matériaux composite, Époxy – Particule des carbure de silicium (SiC)	101
6.3.1	Courant de charge et de décharge sur les poudres	101
6.3.2	Particules de SiC de grosseur 9 microns-1000 Grit	103
6.3.3	Particules de SiC de grosseur de 22 Particules -400 Grit	105
6.3.4	Particules de SiC de grosseur 30 microns-320 grit	109
6.3.5	Particules de SiC de grosseur 50 microns-240 grit	112
6.4	Époxy – Al_2O_3	115
6.4.1	Particules de SiC de grosseur 9 microns-1000 grit	115
6.4.2	Particules de SiC de grosseur 22 microns-400 grit	117
6.4.3	Particules de SiC de grosseur 50 microns-240 grit	118
6.5	Mesure fréquentielle « FDS » sur les Matériaux composite	119
6.5.1	Mesure sur les échantillons contenant des particules de carbure de silicium	120
6.5.2	SiC à 1000 grit et pour différents pourcentages volumiques	121
6.5.3	SiC à 400 grit et pour différents pourcentages volumique	122
6.5.4	SiC à 320 Grit et pour différents pourcentages volumique	122
6.5.5	SiC à 240 Grit et pour différents pourcentages volumiques	123
6.6	Mesure sur les échantillons contenant des particules d'alumines	124
6.6.1	Alumine -1000 grit pour différents pourcentages volumiques	124
6.6.2	Alumine à 400 Grit pour différents pourcentages	124

6.6.3	Alumine -240 Grit et pour différents pourcentages	125
6.7	Interprétation des résultats et conclusion.....	126
CHAPITRE 7 MODÉLISATION DES RÉSULTATS		129
7.1	Introduction.....	129
7.2	Modélisation dans le domaine des fréquences.....	129
7.2.1	Analyse a concentration fixe (deux grosseurs de particule par poudre)	130
7.2.1.1	Limite de Wiener	132
7.2.1.2	Loi de puissance.....	133
7.2.1.3	Modèle de Bruggeman.....	135
7.2.1.4	Comparaison entre modèles.....	138
7.3	Analyse à fréquence fixe.....	138
7.3.1	En haute fréquence (10^4 Hz).....	138
7.3.2	En basse fréquence (10^{-2} Hz)	139
7.4	Modélisation dans le domaine du temps pour la conductivité.....	140
7.4.1	Conductivité.....	140
7.4.2	Modèle de Bruggeman.....	142
7.4.3	Loi de puissance.....	143
7.4.4	Courants de charge et de décharge	144
CONCLUSION GÉNÉRALE.....		151
RECOMMANDATIONS		153
ANNEXE 1 LOGICIEL.....		154
ANNEXE 2 KEITHLEY - 6517A		169
ANNEXE 3 RÉSULTATS DES MESURES		172
ANNEXE 4 TRANSPORT DE CHARGE.....		204
ANNEXE 5 MÉTHODES DES MESURES FRÉQUENTIELLES		209
BIBLIOGRAPHIE.....		215

LISTE DES FIGURES

	Page
Figure 1	Transformateur 225 kV / 63 kV 100MVA..... 5
Figure 2	Câble de transport d'énergie 6
Figure 3	Bobine d'un hydro générateur à base d'époxy..... 6
Figure 4	a) Augmentation du champ électrique local; 7
Figure 5	Arborescences électrochimiques dans un câble de distribution..... 8
Figure 6	a) isolant, E_g élevée (quelque eV), b) Semi-conducteur, $E_g \approx 1eV$ 11
Figure 7	Présence de charge sur la surface du matériau diélectrique 13
Figure 8	Composantes réelles de la permittivité complexe d'un 20
Figure 9	Potentiel d'un dipôle 25
Figure 10	Circuit équivalent associé à l'effet Maxwell - Wagner..... 35
Figure 11	Différents types de réponse diélectrique dans le domaine du temps 39
Figure 12	Méthode de superposition pour le courant de décharge..... 44
Figure 13	Application d'un échelon de tension..... 49
Figure 14	Méthode de rampe en tension 51
Figure 15	Méthode de tension de retour..... 52
Figure 16	Courbes de décharge théoriques pour différents temps de charge..... 53
Figure 17	Courant de décharge théorique pour différents temps de charge..... 54
Figure 18	Effet de temps de décharge sur les caractéristiques de charge 55
Figure 19	Effet de temps de décharge et apparition de courant de fuite 56
Figure 20	Courant de charge et décharge pour la méthode temporelle..... 57
Figure 21	Méthode de mesure pour le cas d'un échelon de tension..... 58
Figure 22	Schéma bloc de l'instrumentation pour la mesure TDS 58
Figure 23	Modélisation d'un matériau diélectrique 65
Figure 24	Diagramme des densités de courant capacitif et résistif 66
Figure 25	Variation des pertes diélectriques en fonction de la fréquence..... 67
Figure 26	a) Poudre Alumine [9um] b) Poudre Alumine [50um] 70
Figure 27	Micrographie optique d'une composite typique 71

LISTE DES FIGURES

	Page
Figure 1	Transformateur 225 kV / 63 kV 100MVA..... 5
Figure 2	Câble de transport d'énergie 6
Figure 3	Bobine d'un hydro générateur à base d'époxy..... 6
Figure 4	a) Augmentation du champ électrique local; 7
Figure 5	Arborescences électrochimiques dans un câble de distribution..... 8
Figure 6	a) isolant, E_g élevée (quelque eV), b) Semi-conducteur, $E_g \approx 1eV$ 11
Figure 7	Présence de charge sur la surface du matériau diélectrique 13
Figure 8	Composantes réelles de la permittivité complexe d'un 20
Figure 9	Potentiel d'un dipôle 25
Figure 10	Circuit équivalent associé à l'effet Maxwell - Wagner..... 35
Figure 11	Différents types de réponse diélectrique dans le domaine du temps 39
Figure 12	Méthode de superposition pour le courant de décharge..... 44
Figure 13	Application d'un échelon de tension..... 49
Figure 14	Méthode de rampe en tension 51
Figure 15	Méthode de tension de retour..... 52
Figure 16	Courbes de décharge théoriques pour différents temps de charge..... 53
Figure 17	Courant de décharge théorique pour différents temps de charge..... 54
Figure 18	Effet de temps de décharge sur les caractéristiques de charge 55
Figure 19	Effet de temps de décharge et apparition de courant de fuite 56
Figure 20	Courant de charge et décharge pour la méthode temporelle..... 57
Figure 21	Méthode de mesure pour le cas d'un échelon de tension..... 58
Figure 22	Schéma bloc de l'instrumentation pour la mesure TDS 58
Figure 23	Modélisation d'un matériau diélectrique 65
Figure 24	Diagramme des densités de courant capacitif et résistif 66
Figure 25	Variation des pertes diélectriques en fonction de la fréquence..... 67
Figure 26	a) Poudre Alumine [9um] b) Poudre Alumine [50um] 70
Figure 27	Micrographie optique d'une composite typique 71

Figure 28	Dimension de l'échantillon avec les électrodes :	72
Figure 29	Géométrie des échantillons	73
Figure 30	a) Dimension de l'échantillon, b) électrode en cuivre avec l'échantillon	75
Figure 31	Fixation du conducteur à l'électrode en cuivre avec l'échantillon	75
Figure 32	a) Fixation de l'échantillon dans la boîte,	76
Figure 33	Face avant de logiciel de mesure TDS	86
Figure 34	Paramètres de l'essai	87
Figure 35	Indicateur de tension	88
Figure 36	Format d'enregistrement des données	91
Figure 37	L'électromètre Keithley 6517A	93
Figure 38	Mesure de tension par l'électromètre	93
Figure 39	Mesure de courant par l'électromètre	94
Figure 40	Mesure de courant de charge et courant de décharge	98
Figure 41	Courant de charge et décharge avant correction	99
Figure 42	Courant de charge et décharge après correction	99
Figure 43	Mesure TDS de l'huile de transformateur	100
Figure 44	Mesure TDS: courants de charge sur les poudres de carbure de silicium	102
Figure 45	Mesure TDS: courants de décharge sur les poudres de carbure de silicium	102
Figure 46	Comparaison de charges pour le SiC de grosseur 9microns-1000Grit..	104
Figure 47	Comparaison des courants décharge pour le SiC	104
Figure 48	Mesure de courants de charge et décharge (SiC -400 grit-10%)	106
Figure 49	Mesure de courants de charge et décharge (SiC -400 grit-20%)	107
Figure 50	Mesure de courants de charge et décharge (SiC -400 grit-25%)	107
Figure 51	Comparaison des courants de charge pour le SiC	108
Figure 52	Comparaison des courants de décharge pour le SiC	109
Figure 53	Mesure de courants de charge et de décharge (SiC -320 grit-10%)	110
Figure 54	Comparaison des courants de charge pour le SiC	111
Figure 55	Comparaison des courants de décharge pour le SiC	112

Figure 56	Mesure du courant de charge et décharge (SiC - 240 grit - 40%).....	113
Figure 57	Comparaison des courants de charge pour le SiC.....	114
Figure 58	Comparaison des courants de décharge pour le SiC.....	114
Figure 59	Comparaison des courants de charge pour l'alumine	116
Figure 60	Comparaison des courants de décharge pour les particules.....	116
Figure 61	Comparaison des courants de charge pour les particules.....	117
Figure 62	Comparaison des courants de décharge pour l'alumine.....	118
Figure 63	Comparaison des courants de charge pour des particules.....	118
Figure 64	Comparaison des courants de décharge pour des particules	119
Figure 65	Appareil de spectromètre diélectrique à large bande.....	120
Figure 66	Permittivité réelle et imaginaire (SiC-1000 grit)	121
Figure 67	Permittivité réelle et imaginaire (SiC-400 grit)	122
Figure 68	Permittivité réelle et imaginaire (SiC-320 grit)	123
Figure 69	Permittivité réelle et imaginaire (SiC-240 grit)	123
Figure 70	Permittivité réelle et imaginaire (1000 grit).....	124
Figure 71	Permittivité réelle et imaginaire (400 grit).....	125
Figure 72	Permittivité réelle et imaginaire (240 grit).....	125
Figure 73	Limite de Wiener pour le composite à 25% de SiC.....	132
Figure 74	limite de Wiener pour les particules de SiC à 5 % volumique	133
Figure 75	Limite de Wiener à 5% comparées avec les mesures sur l'époxy pur ...	133
Figure 76	Modélisation par la loi de puissance pour l'époxy/SiC-9um-20%	134
Figure 77	Modélisation par la loi de puissance pour l'époxy/SiC-50um-20%	134
Figure 78	Modélisation par de Bruggeman pour l'époxy/SiC-9um-5%	136
Figure 79	Modélisation par de Bruggeman pour l'époxy/SiC-9um-20%	136
Figure 80	Modélisation par de Bruggeman pour l'époxy/SiC-50um-5%	137
Figure 81	Modélisation par de Bruggeman pour l'époxy/SiC-50um-20%	137
Figure 82	Différentes modèles avec des particules de SiC_1000 grit à 20%.....	138
Figure 83	Permittivité à 10^4 Hz en fonction de la fraction volumique de SiC	139
Figure 84	Permittivité à 10^{-2} Hz en fonction de la fraction volumique de SiC	139
Figure 85	Conductivité des échantillons contenant du SiC.....	141

Figure 86	Conductivité des échantillons contenant de l'alumine.....	142
Figure 87	Conductivité de SiC et d'alumine à 240 et 1000 Grit modélisé.....	143
Figure 88	Conductivité de SiC et d'alumine à 240 et 1000 Grit.....	144
Figure 89	Comparaison entre les courants de charge pour le carbure de.....	145
Figure 90	Comparaison entre les courants de charges du carbure de.....	146
Figure 91	Comparaison entre les courants de charge du SiC et d'alumine pour ..	147
Figure 92	Comparaison entre les courants de charges des particules de carbure...	149
Figure 93	Comparaison entre les courants de charges des particules de carbure...	149
Figure 94	Comparaison entre les courants de charges des particules de carbure...	150

LISTE DES ABRÉVIATIONS ET SIGLES

TDS	Spectroscopie dans le domaine de temps (Time domain Spectroscopy).
FDS	Spectroscopie dans le domaine des fréquences (Fréquency domain Spectroscopy).
GPIB	General Purpose interface bus
IEEE	Institute of Electrical and electronics Engineers
IREQ	Institut de recherché d'hydro Québec
TR	Tension de retour
RT	Rampe de tension
GST	Essai sur échantillon mis à la terre
UST	Essai sur échantillon flottant
VB	Visual Basic
DC	Courant continu
BT	Basse tension
HT	Haute tension
I_p	Courant de polarisation
I_{dep}	Courant de dépolarisation
T_{ch}	Temps de charge
$T_{déch}$	Temps de décharge
Hz	Hertz
kHz	kilohertz
GHz	Gigahertz

Grandeurs scalaires

V	Potentiel électrique	(V)
I	Courant électrique	(A)
I_{ch}	Courant de charge	(A)
I_{pol}	Courant de polarisation	(A)
$I_{\text{déch}}$	Courant de décharge	(A)
I_{dep}	Courant de charge	(A)
P	Polarisation diélectrique	
R	Résistance	(Ω)
G	Conductance	(S)
C	Capacité	(F)
ε	Permittivité électrique absolue	(F/m)
ε_r	Permittivité électrique relative	
ε'	Partie réelle de permittivité complexe	
ε''	Partie imaginaire de permittivité complexe	
χ	Susceptibilité électrique	
σ	Conductivité	(S/m)
ρ	Résistivité	($\Omega \cdot \text{m}$)
ω	Pulsation	$\omega = 2 \cdot \pi \cdot f$
λ	Longueur d'onde	(m)
t	temps	(s)
Y	Admittance	(siemens)
v	Vitesse	($\frac{\text{m}}{\text{s}}$)

Grandeurs vectorielles

\vec{E} Champs électrique $(\frac{V}{m})$

\vec{D} Induction électrique $(\frac{C}{m^2})$

\vec{J} Densité de courant $(A/m)^2$

\vec{u} Vecteur position unitaire

Opérateurs

$\frac{\partial}{\partial t}$ Dérivée par rapport au temps (s^{-1})

∇ Laplacien

Constantes

ε_0 Permittivité électrique du vide ou de l'air $= (\frac{1}{36 \cdot \pi \cdot 10^9} = 8.8542 \cdot 10^{-12} F \cdot m^{-1})$

Constante de Boltzmann $K_B = 1.380 \cdot 10^{-23} J / K$

μ_0 Perméabilité magnétique du vide ou de l'air $(= 4 \cdot \pi \cdot 10^{-7} \text{ Henry/m})$

Masse d'électron $m_e = 9.109 \cdot 10^{-31} Kg$

Charge de l'électron $e = 1.602 \cdot 10^{-19} C$

$i^2 = 1$

LISTE DES TABLEAUX

	Page
Tableau I Carré de l'indice de réfraction et la constante le diélectrique	15
Tableau II La description des deux grandes catégories d'isolants	16
Tableau III La classification thermique des isolants	17
Tableau IV Masse et charge des électrons, protons et neutrons respectivement	18
Tableau V Rigidité et constant diélectrique de quelques matériaux isolants	21
Tableau VI Échantillons composites avec matrice polymérique	70
Tableau VII Dimension des échantillons	74
Tableau VIII Paramètres expérimentales des poudres de SiC	77
Tableau IX Les interfaces de la carte GPIB	95
Tableau X Tableau comparatif des modèles empiriques	131
Tableau XI Meilleur choix des valeurs de β	135
Tableau XII Conductivités des particules de SiC et d'alumine	141
Tableau XIII Valeurs des courants de polarisation (en A)	148

INTRODUCTION

L'isolant subit d'une longue histoire qui commença depuis la découverte des propriétés de l'ambre en Grèce au XV^{ème} siècle. Mais à cette époque, les recherches sont limitées au niveau qualitatif. Vers le début du XVI^{ème} siècle, une période très riche au niveau de découverte de l'électricité et des isolants s'ouvre notamment par les recherches pertinentes de W. Gilbert qui a identifié la différence entre les matériaux conducteurs et les matériaux isolants, et a donné dans ce sens toute une liste de substances ayant les mêmes propriétés d'attraction que l'ambre, soit le verre, le soufre, les résines et la cire.

En 1729, S. Gray [44], a mis en place une définition précise des isolants et des conducteurs, d'après ses recherches et expériences sur différents matériaux. Sigaud de la Fond [44] est arrivé en 1775 à la conclusion suivante dans laquelle il recommande « (...) chaque fois qu'on veut transmettre l'électricité à un corps susceptible de la recevoir par communication, il faut le suspendre à des fils de soie ou le placer sur du verre ou sur des pains de résine, de poix, de cire et en général sur toute espèce de corps susceptible de s'électriser. »

Faraday montre pour sa part en 1838, après l'exécution de mesures, que l'induction n'a pas lieu à distance mais que le diélectrique transmet de proche en proche l'influence par des particules ayant acquis des pôles. Elles seraient « polarisées ». D'où l'ouverture d'un important chapitre de la physique, celui des diélectriques et leur polarisation.

De nos jours, les chercheurs possèdent déjà à leur disposition un ensemble de techniques permettant le diagnostic et l'évaluation des isolants, ainsi que des matériaux composites formant les systèmes d'isolation, soit pour le contrôle de fabrication d'une isolation neuve, soit pour connaître la nature et le degré de dégradation d'un équipement

en service après des années d'utilisation, comme dans le cas des câbles de transport d'énergie.

Les méthodes de spectroscopie diélectrique les plus utilisées à l'heure actuelle sont des méthodes de mesure temporelles ou fréquentielles [1]. Ces méthodes sont utilisées pour l'étude des matériaux qui servent pour la fabrication et la réalisation des systèmes d'isolants fiables [61]. Mentionnons à titre d'exemple les systèmes d'isolation des bobines statoriques des grandes machines tournantes [4-6], soit, moteurs ou générateurs, ou le système l'isolation à l'huile imprégnée [62] pour le cas des transformateurs, ou encore l'isolation extrudée des câbles de transport d'énergie [2, 3].

Il faudrait également mentionner que les mesures diélectriques pour le diagnostic des matériaux isolants sont relativement aisées et demandent un équipement peu compliqué. La difficulté repose souvent sur l'interprétation des résultats.

Notre travail, dans le cadre de ce projet de recherche, portera principalement sur la compréhension, l'interprétation et la modélisation de la réponse diélectrique de l'isolation, tout en appliquant les deux méthodes, temporelle et fréquentielle, sur différents matériaux isolants.

Dans le premier chapitre du présent mémoire, nous rappelons l'état de l'art des matériaux isolants. Les types des ces matériaux, les phénomènes de dégradation, les normes et les méthodes de diagnostic existant dans la littérature sont également présentés. Les matériaux isolants, les conducteurs et les semi-conducteurs, la rigidité diélectrique de ces matériaux, les classes thermiques, les catégories d'isolants, la dispersion diélectrique sont présentés dans le second chapitre. Dans le troisième chapitre, les propriétés fondamentales des diélectriques sont étudiées. Les différentes méthodes temporelles de diagnostic des systèmes d'isolation et les techniques de mesures dans le domaine temporel (TDS) et dans le domaine fréquentielles (FDS) sont

aussi détaillées. Au quatrième chapitre, nous étudierons en particulier le comportement des matériaux composites. La procédure de fabrication des échantillons contenant des particules de silicium et d'alumine, la dimension des échantillons et les modèles est mentionnée. La conception du système de mesure, le système d'interfaçage et l'électromètre sont mentionnés au cinquième chapitre. Les deux derniers chapitres sont consacrés aux résultats de modélisation des résultats de mesure sur les matériaux composites étudiés au quatrième chapitre.

CHAPITRE 1

RÉSUMÉ DE LECTURE

1.1 État de l'art

L'utilisation de matériaux isolants remonte au même temps que l'utilisation de la technologie électrique. Les matériaux isolants, qui s'appellent souvent les diélectriques, sont des matériaux dont la fonction est d'empêcher la circulation du courant électrique tout en opposant une résistance assez élevée à une rupture diélectrique destructive du système d'isolation.

Les matériaux isolants sont utilisés dans toutes les applications utilisant l'énergie électrique et particulièrement en électrotechnique [3, 4, 6, 7, 8]. On peut citer notamment le cas des bobines des gros générateurs électriques, des transformateurs et des câbles de transport et de distribution de l'énergie électrique. Ces matériaux isolants possèdent des spécifications importantes telles que le faible coût, la durée de vie élevée et leurs propriétés électriques.

Ces spécifications permettent aux matériaux diélectriques leur utilisation dans des applications modernes et parfois dans des conditions de contraintes extrêmes. Plusieurs phénomènes électrique, mécanique, thermique, et chimique déterminent les propriétés diélectriques des isolants. Ces propriétés peuvent être modifiées par des éléments externes lors de leurs utilisations. On peut citer les contraintes électriques (tension, courants, fréquence...), les facteurs physiques (humidité, température, pression, chocs, déformations, vibrations...) et les facteurs chimiques (impuretés, oxydations...).

Les matériaux diélectriques se présentent sous trois catégories, soit solide, liquide ou gazeuse :

- Solides :
 - Organique (PE, PS, caoutchouc, papier, ...)
 - Inorganique (porcelaine, mica, fibre de verre, ...)
- Liquides :
 - Huiles minérales, huile silicone,...
- Gazeux
 - Air, SF₆,....

La fonction de base d'un matériau diélectrique est d'empêcher la circulation du courant électrique jusqu'à ce que l'intensité du champ électrique provoque une rupture diélectrique du matériau. La rupture diélectrique est caractérisée par une brusque diminution de la résistance du matériau et la circulation d'un courant filamentaire à travers le diélectrique. Pour les diélectriques solides [10, 14] (cas des machines tournants et des câbles de transport d'énergie) et liquides (cas des transformateurs [19, 20]), il s'agit d'un phénomène destructif. La grandeur du champ électrique nécessaire pour la rupture diélectrique, est une propriété du matériau appelée rigidité diélectrique.

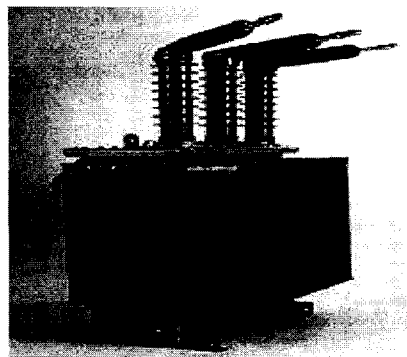


Figure 1 Transformateur 225 kV / 63 kV 100MVA

En général les matériaux solides ont des valeurs de rigidité diélectrique plus élevées que les matériaux gazeux, notamment l'air sec. Les deux figures suivantes illustrent les

schémas d'un câble de transport d'énergie souterrain et d'une bobine d'un hydro générateur [13, 18, 25, 31, 32, 35, 41]. Le matériau servant d'isolant pour le câble est le polyéthylène [2, 29, 30]. Les deux électrodes sont composées d'un matériau spécial, soit un polymère contenant suffisamment de noir de carbone [15, 22] pour assurer une certaine conductivité.

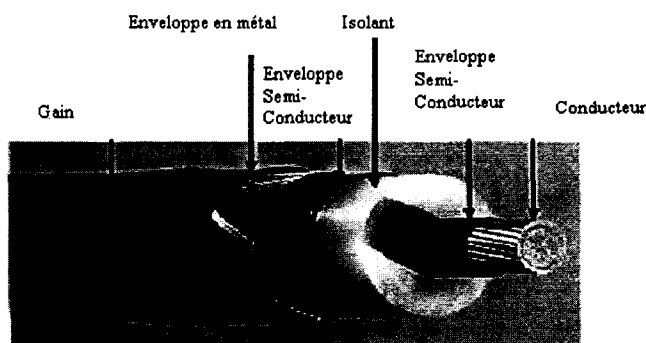


Figure 2 Câble de transport d'énergie



Figure 3 Bobine d'un hydro générateur à base d'époxy

L'augmentation du champ électrique à des valeurs suffisamment élevées entraîne la rupture partielle du matériau solide. Avec le temps, cette rupture progresse, devient totale et peut causer un court-circuit entre les deux électrodes. Ce type de rupture s'appelle souvent dégradation par arborescence ou aussi arbre électrique. La figure suivante illustre la rupture d'un câble coaxial due à ce problème.

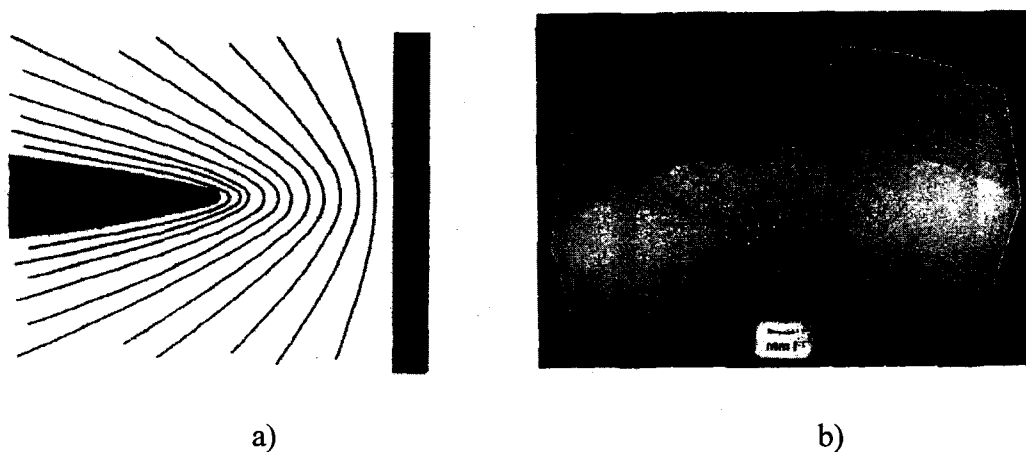


Figure 4 a) Augmentation du champ électrique local;
b) rupture diélectrique d'un câble de distribution
dûe à la propagation d'un arbre électrique.

1.2 Phénomène de dégradation

En électrotechnique, les propriétés et les structures chimiques des matériaux isolants peuvent être modifiées avec le temps et cela parce que ces derniers sont soumis à plusieurs contraintes, électriques, thermiques, mécaniques,... d'où le vieillissement des matériaux isolants.

Les moyens de diagnostic de l'état des matériaux isolants sont divers [19, 20, 29, 30, 32, 34], soit au laboratoire ou bien sur site pour définir l'état de dégradation et établir la stratégie de maintenance préventive la plus appropriée. Les essais diélectriques sont mis en œuvre soit pour contrôler les produits, soit pour diagnostiquer l'état des diélectriques. Toutefois, les résultats des mesures sont parfois difficiles à interpréter notamment lorsqu'ils sont proches des valeurs limites autorisées ou bien si les défauts ne sont pas répétitifs ce qui entraîne en général des litiges.

La figure suivante illustre un cas de dégradation d'un câble de distribution d'énergie souterrain connu sous le nom d'arborescences électrochimiques [56].

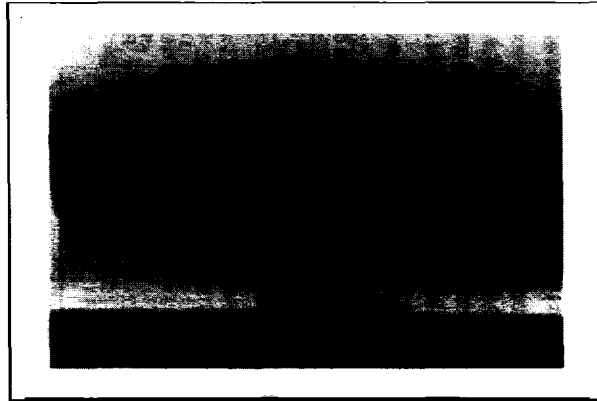


Figure 5 Arborescences électrochimiques dans un câble de distribution

1.3 Norme et méthode DC de diagnostic

L'utilisation de la méthode en courant continu [26, 28] comme outil de diagnostic des systèmes d'isolation en électrotechnique [37, 44, 48] est recommandée par plusieurs normes IEEE.

En effet, la norme IEEE Std 43-1974 [47] fait les recommandations suivantes pour le cas de système d'isolation des grands générateurs électriques tournants :

- Les valeurs minimales recommandées pour le rapport IP sont de 1,5 pour les isolants de classe A et de 2 pour les isolants de classe B et F. Lorsque $IP < 1,5$, l'isolation est considérée comme encrassée et humide.
- La résistance R de l'isolation est définie comme le rapport entre la tension appliquée et le courant mesuré après une minute.

Afin de minimiser l'effet de la température dans la caractérisation de la résistance d'un isolant, cette résistance est corrigée de façon à la ramener sur une base de 40°C. Cette caractérisation se fait à l'aide de l'équation suivante :

$$R_C = R_T \cdot e^{0,069(T-40)}$$

avec R_T est la résistance mesurée à une température T.

Les valeurs minimum de R_C recommandées sont données par :

$$R_m = kV + 1$$

Où R_m est la résistance minimum corrigée à 40°C (en MΩ) des trois phases et kV est la tension phase - phase de la machine à la sortie. Pour une isolation en bonne condition, la résistance corrigée devrait être de 10 à 100 fois supérieure à cette valeur minimum.

Le standard FIST 3-1 traite pour sa part de l'utilisation de cette méthode comme outil de diagnostique de l'isolation statorique des machines tournantes. Cette norme insiste sur l'importance de la température et l'humidité sur le résultat des mesures. En effet, l'indice de polarisation IP diminue lorsque l'isolation est humide mais augmente avec l'augmentation de la température T.

CHAPITRE 2

MATÉRIAUX DIÉLECTRIQUES

2.1 Introduction

Dès les premiers développements des théories modernes des structures de la matière, notamment les molécules et les atomes, le concept de polarisation introduit par Faraday a été justifié. Les besoins industriels actuels suscitent de nombreuses innovations nécessitant l'étude des matériaux isolants, notamment ceux utilisés dans les câbles d'énergie, les transformateurs et les machines électriques.

Dans ce chapitre, on se propose de définir les matériaux isolants, conducteurs et semi-conducteurs et de traiter de la réponse diélectrique et de la rigidité diélectrique de ces matériaux.

2.2 Matériaux isolants, semi-conducteurs et conducteurs

Les solides sont généralement classés en trois catégories suivant leurs résistivités électriques :

- Les conducteurs (métaux) ont une résistivité de l'ordre de $10^{-5} \Omega.cm$ ou inférieure
- Les isolants ou diélectriques ont une résistivité généralement supérieure à $10^{12} \Omega.cm$
- Les semi-conducteurs ont une résistivité qui varie entre $10^{-5} \Omega.cm$ et $10^{12} \Omega.cm$

Les solides cristallins respectent le modèle des bandes d'énergie. La bande de valence est la dernière bande partiellement ou totalement remplie, la bande interdite est au milieu entre la bande de valence et celle de conduction. Elle se caractérise par sa largeur

énergétique E_g qui s'appelle également énergie d'activation intrinsèque. La bande de conduction est la bande permise située au dessus de la bande interdite.

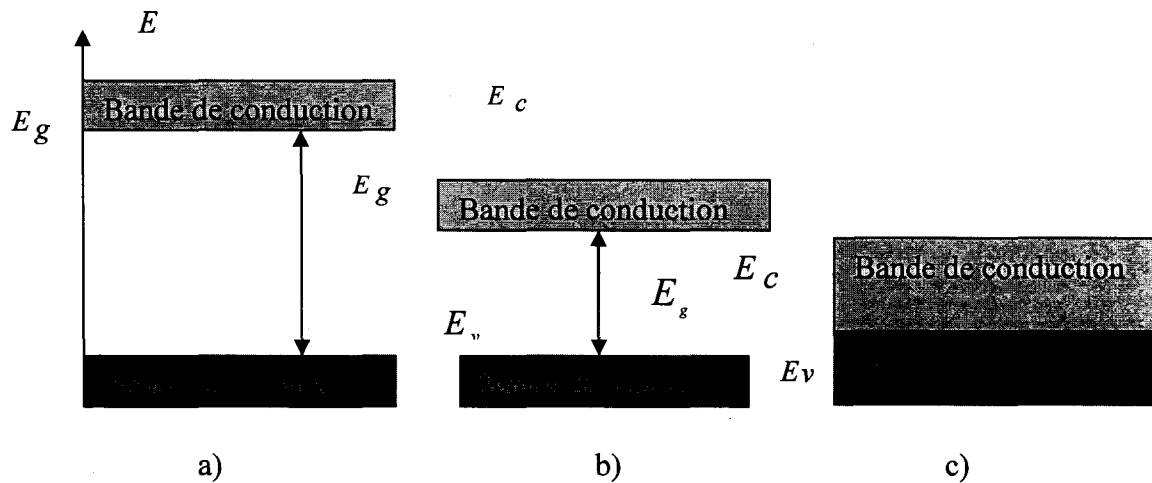


Figure 6 a) isolant, E_g élevée (quelque eV), b) Semi-conducteur, $E_g \approx 1eV$
 c) Conducteur, recouvrement des bandes.

Par définition, un isolant est une substance qui possède une résistance suffisamment élevée pour être utilisée comme séparateur entre des pièces et des organes conducteurs ayant une différence de potentiel électrique. On appelle souvent les isolants matériaux diélectriques, c'est-à-dire, les matériaux ayant des propriétés électriques polarisables dans un champ électrique.

Pour mieux comprendre le phénomène de polarisation des diélectriques, prenons le cas d'un condensateur plan-plan ayant des armatures planes et parallèles, de grandes surfaces, placées dans le vide. En appliquant une tension continue à ses armatures, le condensateur va acquérir une densité de charge, Q_s et $-Q_s$.

Sa capacité C_{i_0} par unité de surface est alors :

$$C_{i_0} = \frac{Q_s}{U} \quad (2.1)$$

où U est la tension appliquée entre les armatures.

Si on place un matériau diélectrique isotropique entre les électrodes, les molécules contenues dans le matériau diélectrique vont se polariser en présence du champ électrique créé par les charges déposées sur les électrodes. Cette polarisation attire des charges négatives à l'électrode chargée positivement et des charges positives à l'électrode chargée négativement. Conséquemment, la polarisation demande un apport de charges supplémentaires de la source afin de maintenir une différence de potentiel U . Ce déplacement de charges génère un courant dit de polarisation qui peut être mesuré par un circuit extérieur.

On appelle P le supplément de densité de charges fixées sur les armatures du condensateur qui est fourni par l'alimentation électrique et qui permettra de maintenir une valeur de tension U constante aux bornes du condensateur. Donc, en présence d'un diélectrique, la capacité de ce dernier par unité de surface devient :

$$C_i = \frac{Q_S + P}{U} \quad (2.2)$$

La permittivité statique relative, ϵ_r , des matériaux diélectriques sera donc plus importante si la polarisabilité des molécules est élevée.

En effet, cette dernière est donnée par :

$$\varepsilon_r = 1 + \frac{P}{Q_S} \quad (2.3)$$

Dans les matériaux diélectriques, il existe plusieurs types de polarisation. L'une est de type électronique, une autre est de type atomique, une autre est de type dipolaire et enfin une polarisation est due aux déplacements de charges d'espace. L'application d'un champ électrique impose le déplacement des électrons par rapport au noyau de chaque atome qui constitue la molécule. C'est le phénomène de polarisation électronique. Pour ce qui est de la polarisation atomique, le champ appliqué impose le déplacement des électrons atomiques par rapport aux autres noyaux des autres atomes.

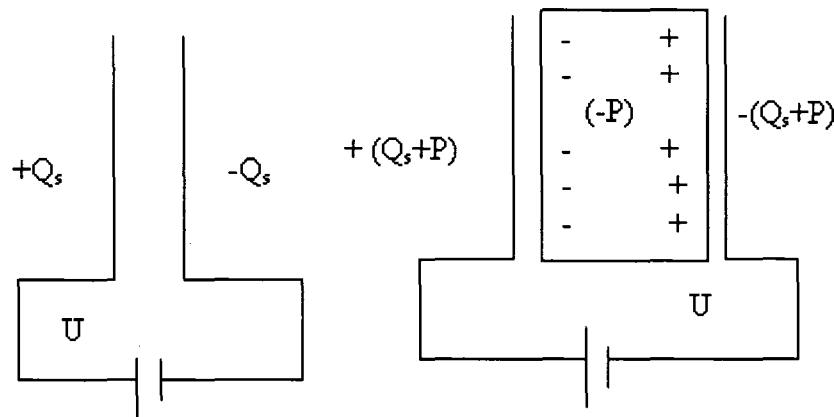


Figure 7 Présence de charge sur la surface du matériau diélectrique

Un matériau diélectrique de type polaire présente un mécanisme de polarisation qui contribue à sa polarisation totale, la polarisation dipolaire. Dans ce cas, le champ électrique permet d'orienter les dipôles permanents (qui sont distribués d'une façon aléatoire) dans sa direction. La température est un paramètre important puisqu'elle conditionne l'agitation thermique des dipôles pour le cas des matériaux polaires.

Une importante relation entre la permittivité statique isotropique ε d'un matériau diélectrique et la polarisation P , produite par un champ électrique E , peut s'écrire comme suit :

$$\varepsilon = \varepsilon_0 + \frac{P}{E} \quad (2.4)$$

avec $\varepsilon_0 = 8.854 \cdot 10^{-12} \text{ F/m}$, la permittivité de vide.

L'application de la loi de gauss dans le cas d'un condensateur plan nous donne la

relation (2.3) suivante: $\varepsilon_r = 1 + \frac{P}{Q_S}$

Généralement, la permittivité relative des matériaux diélectriques non polaires correspond au carré de l'indice de réfraction $\varepsilon_r = n^2$.

Le tableau I donne la constante diélectrique de quelques matériaux polaires et non polaires. En fait, $\varepsilon_r \gg n^2$ pour les matériaux polaires à cause de la polarisation dipolaire

Tableau I

Carré de l'indice de réfraction et la constante diélectrique de quelques matériaux

polaire			Non polaire		
	ϵ_r	n^2		ϵ_r	n^2
Chloroforme	4.81	2.090	n- Hexane	1.89	1.89
Méthanol	33.64	1.764	n- Heptane	1.924	1.92
Éthanol	25.07	1.854	Tétrachlorure de carbone	2.234	2.132
Acétone	21.20	1.847	Di sulfure de carbone	2.647	2.650
Chlorobenzène	5.649	2.324	Benzène	2.283	2.253
Nitrobenzène	35.96	2.410	Cyclohexane	2.023	2.033
Toluène	2.379	2.239			
Eau	80.37	1.78			

2.3 Les classes de matériaux isolants

Les matériaux isolants ou diélectriques peuvent être regroupés en deux grandes catégories, soit les isolants organiques et les isolants inorganiques.

Le tableau II fournit une description de ces deux catégories de matériaux isolants

Tableau II

La description des deux grandes catégories d'isolants

catégorie	description
Les isolants inorganiques	Ils peuvent supporter des températures supérieures à 1000°C, soit le mica, la porcelaine, l'air, etc.
Les isolants organiques	Ils sont composées de longues chaînes moléculaires de carbone et d'hydrogène et ne peuvent pas supporter des températures élevées sans se décomposer ou fondre, soit le caoutchouc, le papier, l'huile, le coton, les matériaux thermoplastiques, etc.

L'existence des isolants synthétiques a élargi le nombre d'isolants disponibles sur le marché de sorte qu'il est difficile d'en faire une liste complète. Leurs propriétés et leurs caractéristiques thermiques, électriques et mécaniques sont en général supérieures à celles des isolants naturels. De plus, il est intéressant de combiner plusieurs composantes pour obtenir ainsi un isolant possédant des propriétés performantes. Les matériaux synthétiques sont utilisés pour couvrir les fils conducteurs, les câbles de transport d'énergie, les bobines de moteurs, de transformateurs, etc... Il existe une classification des isolants basée sur les conditions extrêmes auxquelles ceux-ci peuvent être exposés. Cette classification est très importante lors d'un choix de matériaux isolants pour la construction d'un équipement électrique.

La classification présentée ci-dessous (tableau III) de ces isolants est basée sur leur stabilité thermique.

Tableau III

La classification thermique des isolants

Classe	Description
Classe A (maintenant classe 105°C)	Des matériaux tels que le coton, la soie et le papier convenablement imprégné dans un liquide diélectrique comme l'huile. Ils doivent démontrer une durée de vie thermique similaire à 105°C.
Classe B (maintenant classe 130°C)	Des matériaux tels que le mica, la fibre de verre, etc., utilisés avec des substances adhésives convenables. Ils doivent démontrer une durée de vie thermique similaire à 130°C.
Classe F (maintenant classe 155°C)	Des matériaux tels que le mica, la fibre de verre, etc., utilisés avec des substances adhésives convenables. Ils doivent démontrer une durée de vie thermique similaire à 155°C.
Classe H (maintenant classe 180°C)	Des matériaux tels que l'élastomère à la silicone, le mica, la fibre de verre, etc., utilisés avec des substances adhésives convenables, tel que les résines à la silicone. Ils doivent démontrer une durée de vie thermique similaire à 180°C.
Classe N (maintenant classe 200°C)	Ils doivent démontrer une durée de vie thermique similaire à 200°C.
Classe R (maintenant classe 220°C)	Ils doivent démontrer une durée de vie thermique similaire à 220°C.
Classe S (maintenant classe 240°C)	Ils doivent démontrer une durée de vie thermique similaire à 240°C.
Classe C (maintenant classe >240°C)	Des matériaux tels que le mica, la porcelaine, le verre, le quartz ainsi que des matériaux inorganiques semblables. Ils doivent démontrer une durée de vie thermique similaire à 240°C.

Les quatre premières classes sont les plus fréquemment utilisées dans les domaines du système d'isolation en électrotechnique tel qu'indiqué dans la norme IEEE Std 43-2000.

2.4 Dispersion diélectrique

Les développements industriels et ses diverses applications imposent non seulement l'étude du comportement d'un matériau diélectrique sous l'action d'un champ électrique permanent, mais aussi l'analyse des propriétés diélectriques de ces matériaux dans un très large spectre de fréquence, qui varie entre la fréquence industrielle (60 Hz) et parfois inférieure dans certaines applications jusqu'à quelques centaines de gigahertz (GHz).

Pour bien analyser ces propriétés, il faut prendre en considération les différents types de charges et d'associations de charges. En général, la matière se compose de plusieurs éléments naturels ou corps simples qui peuvent être représentés par des symboles (Si, Ge, H,..., U). Ces éléments composés sont constitués de combinaisons d'atomes (molécules), dont la dimension est à l'échelle nanométrique.

Tableau IV

Masse et charge des électrons, protons et neutrons respectivement

	Électron	Proton	Neutron
Masse	$m = 9,109 \cdot 10^{-31} \text{ kg}$	$m = 1,672 \cdot 10^{-27} \text{ kg}$ $= 1838 \cdot m_e$	$m = 1,674 \cdot 10^{-27} \text{ kg}$ $= 1840 \cdot m_e$
Charge	$-e = 1,602 \cdot 10^{-19} \text{ C}$	$-e = 1,602 \cdot 10^{-19} \text{ C}$	0

Les électrons externes ou de valence. Ils permettent la polarisabilité atomique ou moléculaire asymétrique lors de l'application d'un champ électrique. Ces électrons sont aussi responsables des liaisons chimiques entre les atomes.

Ils gravitent autour de l'atome suivant des orbites compris dans la bande de valence de cet atome (figure 6).

Les électrons internes. Ils gravitent autour de l'atome suivant des orbites dont le niveau d'énergie est inférieur à celles faisant partie de la bande de valence. Les électrons internes sont liés au noyau. Ces électrons résonnent dans le domaine des rayons X , là où la longueur d'onde du champ électromagnétique est inférieure à $10^{-10} m$, ce qui correspond à une énergie assez élevée de l'ordre de $10^4 eV$.

Les électrons de conduction. On les appelle aussi électrons libres. Ils sont soumis à deux contraintes physiques, le mécanisme de diffusion représenté par le gradient de concentration ∇N et le mécanisme de conduction représenté par le gradient de potentiel électrique ∇U . Ils gravitent autour de l'atome suivant des orbites faisant partie de la bande de conduction de cet atome (figure 6).

Les ions libres. Ces ions se mettent en mouvement à faible vitesse par rapport aux électrons libres, suite à l'application d'un champ électrique. Leur influence est importante dans le cas des liquides diélectriques comme l'huile utilisé dans les transformateurs.

Les ions liés. Ils sont généralement liés à d'autres ions de signe opposé afin de former des dipôles moléculaires (par exemple le cas du Na^+Cl^-). Sous l'effet du champ électrique ils sont soumis à un couple qui les oriente suivant sa direction.

Les multipôles. Les dipôles qui sont antiparallèles forment ainsi les quadripôles qui seront soumis à un couple faible lors de l'application d'un champ électrique divergent.

Tel qu'illustré à la figure 8 [42, 75], chaque catégorie de porteurs de charge possède une fréquence qui lui est propre, sa fréquence de résonance.

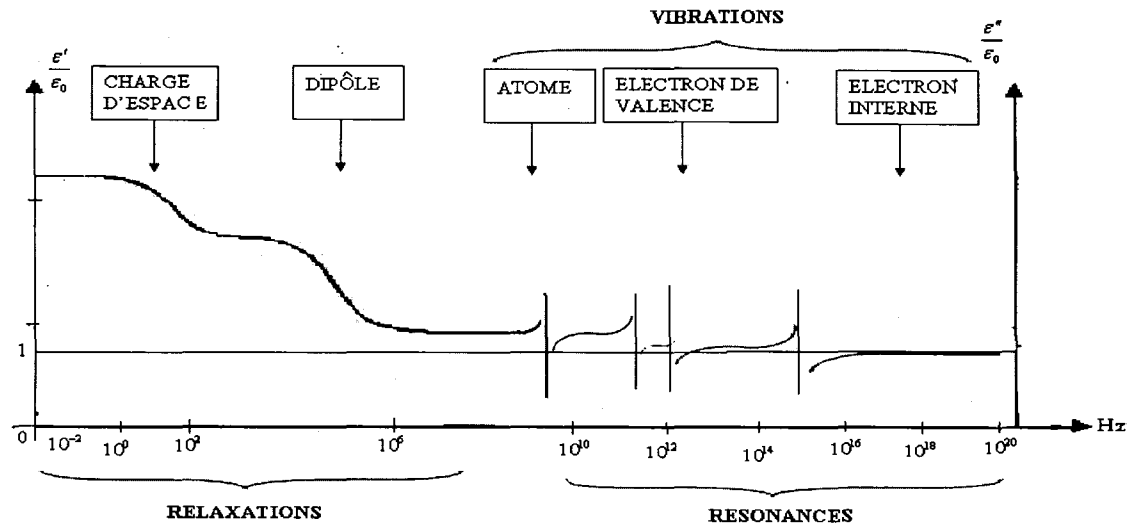


Figure 8 la permittivité complexe d'un matériau polaire contenant des charges d'espace

La polarisabilité des matériaux (valeur relative) dépend de la fréquence du champ électrique. En effet, selon la fréquence choisie, on peut mettre en évidence plusieurs phénomènes tel que la polarisation ionique, la polarisation électronique, la polarisation par changement d'orientation des dipôles, et pour certaines fréquences, on obtient parfois des résonances.

En effet à certaines fréquences précises, les électrons internes commencent à vibrer sous l'action du champ appliqué et créent ainsi la polarisation électronique du matériau, ce qui entraîne l'augmentation de sa permittivité ϵ . Ces fréquences s'appellent souvent la fréquence de résonance.

La permittivité ne cesse de croître lorsque la fréquence décroît à partir du domaine optique jusqu'aux basses fréquences.

2.5 Rigidité diélectrique

Le tableau suivant donne la rigidité diélectrique de certains matériaux isolants ainsi que leur permittivité relative ϵ_r .

Tableau V
Rigidité et constant diélectrique de quelques matériaux isolants [42]

Isolant	Propriétés électriques	
	Rigidité diélectrique	Constante diélectrique
	MV/m ou kV/mm	ϵ_r
Air sec	3	1
Azote (N ₂)	3,5	1
Hexafluorure de Soufre (SF ₆)	30 (à 400 kPa)	1
Hydrogène	2,7	1
Oxygène	3	1
Caoutchouc	12 à 20	4
Époxy	20	3,3
Huile minérale	10	2,2
Mica	40 à 240	7
Nylon	16	4,1
Oxyde de	3	4
Papier imprégné	14	4 à 7
Polyamide	40	3,7
Polycarbonate	25	3,0
Polyéthylène	40	2,3
Chlorure de polyvinyle (PVC)	50	3,7
Polyimide	200	3,8
Polyuréthane	35	3,6
Porcelaine	4	6
Silicone	10	-
Téflon	20	2
Verre	100	5 à 7

2.6 Conclusion

Cette étude a permis d'introduire le concept de matériaux diélectriques. Ces matériaux se caractérisent par l'absence des charges autres que les noyaux atomiques, les électrons des couches internes, les électrons des couches de valence et les charges immobiles dans le champ. Cependant, est-ce que dans la réalité existent des isolants parfaits? Sinon comment peut-on caractériser les bons isolants?

Dans le chapitre suivant on se propose de caractériser l'état des matériaux diélectriques à travers des mesures diélectriques.

CHAPITRE 3

MESURES DIÉLECTRIQUES

3.1 Introduction

Dans ce chapitre, on se propose de définir les propriétés essentielles des diélectriques.

En particulier la permittivité, la conductivité et les pertes diélectriques. Ces propriétés peuvent être déterminées par l'utilisation de technique de mesures modernes, permettant de caractériser et de diagnostiquer l'état des matériaux isolants.

Ces techniques de mesures sont notamment les techniques dans le domaine temporel (TDS) et celles dans le domaine fréquentielles (FDS). Ces deux techniques seront bien détaillées dans ce chapitre.

3.2 Généralités sur la théorie des diélectriques

Afin d'introduire la spectroscopie diélectrique, il est important de connaître la théorie des diélectriques et ses concepts. Une description bien détaillée existe dans la littérature [14-16 et 44].

3.2.1 Potentiel d'un dipôle

Sous l'action d'un champ électrique, les charges positives et négatives des molécules d'un diélectrique s'éloignent l'une de l'autre et chaque molécule ou atome se déforme, ce qui peut être assimilé à un dipôle dont le moment est [44] :

$$\overrightarrow{M_i} = q \cdot \overrightarrow{\Delta l} \quad (3.1)$$

où M_i est le moment dipolaire du $i^{\text{ème}}$ dipôle

q est une charge ponctuelle

Δl est la distance entre les charges positive et négative

Soit un volume donné, ΔV , et soit N_m le nombre d'atomes par unité de volume.

Le moment dipolaire total est donné par la formule suivante :

$$\overrightarrow{M} = \sum_{i=1}^{N_m \cdot \Delta V} \overrightarrow{M_i} \quad (3.2)$$

Cette définition s'applique aussi à un diélectrique polaire dont le moment électrique moyen est nul en l'absence d'un champ électrique.

La polarisation \overrightarrow{P} est souvent uniforme pour un volume V fini :

Si $\Delta V \rightarrow 0$

$$\overrightarrow{P} = \frac{d\overrightarrow{M}}{dV} \quad (3.3)$$

Si on considère un milieu vide dans l'espace, et un système (o, x, y, z) avec $+q$ une charge au point $(0, 0, \frac{l}{2})$ et $-q$ au point $(0, 0, -\frac{l}{2})$, on peut déterminer le potentiel du point A de la façon suivante (voir figure 9) :

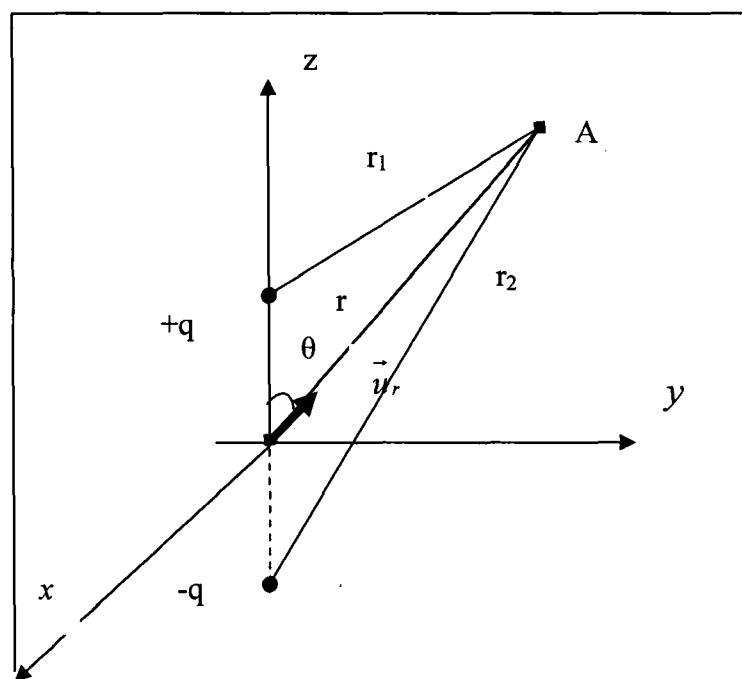


Figure 9 Potentiel d'un dipôle

$$V_A = \frac{q}{4 \cdot \pi \cdot \epsilon_0} \cdot \left(\frac{1}{r_1} - \frac{1}{r_2} \right) \quad (3.4)$$

Dans le cas où $r \gg l$

$$V_A = \frac{q \cdot l \cdot \cos \theta}{4 \cdot \pi \cdot \epsilon_0 \cdot r^2}$$

Soit \vec{M} le moment électrique, \vec{u}_r un vecteur unitaire et $\vec{\nabla}$ l'opérateur Nabla. On obtient alors :

$$V_A = \frac{\vec{M} \cdot \vec{u}_r}{4 \cdot \pi \cdot \epsilon_0 \cdot r^2} = - \frac{1}{4 \cdot \pi \cdot \epsilon_0} M \vec{\nabla} \left(\frac{1}{r} \right) \quad (3.5)$$

3.2.2 Loi de gauss

Soit une surface S qui limite un volume contenant une densité de charges libres ρ , et soit \vec{D} le vecteur densité de charge et \vec{E} le champ électrique. La loi de Gauss pour une densité ρ de charges est donnée par:

$$\oint_S \epsilon_0 \cdot \vec{E} \cdot d\vec{s} = \int_V \rho \cdot dv \quad (3.6)$$

Si on appelle \vec{P} la polarisation diélectrique, \vec{D} sera alors donnée par la relation suivante

$$\vec{D} = \epsilon_0 \cdot \vec{E} + \vec{P} \quad (3.7)$$

En électrotechnique, la majorité des diélectriques ou des isolants utilisés sont linéaires et isotropes.

On aura donc la relation suivante entre \hat{P} et \hat{E} , dans le cas d'une excitation sinusoïdale

$$\hat{P} = \varepsilon_0 \cdot \hat{\chi} \cdot \hat{E} \quad (3.8)$$

Où \hat{P} et \hat{E} sont des phaseurs complexes de la polarisation et du champs électrique et $\hat{\chi}$ est une constante complexe qui dépend de la fréquence, et s'appelle susceptibilité électrique.

On obtient donc

$$\hat{D} = \varepsilon_0 \cdot (1 + \hat{\chi}) \cdot \hat{E} \quad (3.9)$$

Si on définit $(1 + \hat{\chi}) = \hat{\varepsilon}_r$, ainsi que $\varepsilon_0 \cdot \hat{\varepsilon}_r = \hat{\varepsilon}$, on obtient alors :

$$\hat{D} = \hat{\varepsilon} \cdot \hat{E} \quad (3.10)$$

Où $\hat{\varepsilon}$ est la permittivité complexe.

3.2.3 Polarisation

La polarisation concerne essentiellement les charges liées qui présentent un moment dipolaire permanent contrairement à la conduction qui concerne les charges libres. Les pertes diélectriques qui sont associées aux mécanismes de polarisations électroniques et moléculaires dans le domaine des fréquences industrielles sont négligeables puisque ces phénomènes se manifestent à de très hautes fréquences.

3.2.3.1 Polarisation électronique

La polarisation due au déplacement des électrons se manifeste à de très hautes fréquences. La constante de temps pour ce type de polarisation, est généralement de l'ordre de $10^{-15} s$. Pour ce type de polarisation, on obtient la relation suivante :

$$P_e = N \cdot \alpha_e \cdot E_l \quad (3.11)$$

où P_e est la polarisation électronique (C/m^2)

N est le nombre de molécule par unité de volume (m^{-3})

E_l est le champ électrique local (V/m)

α_e est une constante de polarisation électronique.

3.2.3.2 Polarisation ionique

La polarisation ionique produit un déplacement mutuel des ions dans le temps et elle se produit dans la gamme de l'infra-rouge. La constante de temps relié à ce phénomène est de l'ordre de 10^{-13} à 10^{-12} s.

La polarisation ionique est donnée par :

$$P_i = N \cdot \alpha_i \cdot E_l \quad (3.12)$$

où P_i est la polarisation ionique

N est le nombre de molécule par unité de volume

E_l est le champ électrique local

α_i est une constante de polarisation ionique

3.2.3.3 Polarisation d'orientation

La polarisation d'orientation s'appelle aussi polarisation dipolaire. Elle dépend de la température T et apparaît généralement dans les liquides, les gaz et les corps visqueux.

Cette polarisation entraîne des pertes diélectriques sous l'effet du champ électrique et provoque une dissipation d'énergie au moment de la relaxation des dipôles. Le temps τ de relaxation déterminé par Debye pour un corps liquide de viscosité dynamique η peut être calculé par :

$$\tau = 4 \cdot \pi \cdot \frac{\eta \cdot r^3}{k \cdot T} = \frac{3 \cdot \eta \cdot V}{k \cdot T} \quad (3.13)$$

avec η : est la viscosité dynamique

k : est la constante de Boltzmann

V : est le volume de la molécule

r : est le rayon de la molécule

La polarisation d'orientation déterminée par l'approximation de Langevin [44] est calculée de la manière suivante :

$$P_d = N \cdot \alpha_d \cdot E_l \quad (3.14)$$

où P_d est la polarisation dipolaire

N est le nombre de molécule par unité de volume

E_l est le champ électrique local

α_d est une constante de polarisation dipolaire $\alpha_d = \frac{M^2}{3 \cdot k \cdot T}$

où M s'appelle le moment dipolaire de molécule.

3.3 Courant dans le domaine de temps

3.3.1 Généralité

Si on considère un volume élémentaire $dV = ds \cdot dl$ d'un diélectrique, soumis à une différence de potentiel $-dU$, le courant de conduction directe qui traverse ce volume peut se déterminer comme suit : $dI = J_c \cdot dS$.

La loi d'ohm appliqué à ce volume sera :

$$-dU = I \cdot dR = J_c \cdot ds \cdot \frac{dl}{\sigma \cdot ds} \quad (3.15)$$

avec σ : la conductivité du diélectrique

J_c : La densité de courant de conduction dû au déplacement des charges libres

R : La résistance de volume

La densité de courant due aux charges libres peut se réécrire comme suit :

$$J_C(t) = \sigma \cdot E(t) \quad (3.16)$$

À partir de la loi de Maxwell, la densité de courant totale $J_{TOT}(t)$ traversant un matériau diélectrique s'exprime par :

$$J_{TOT}(t) = \sigma \cdot E(t) + \frac{\partial D(t)}{\partial t} \quad (3.17)$$

où $\sigma \cdot E(t)$: transport de charges

$\frac{\partial D(t)}{\partial t}$: courant de déplacement et σ , E et D sont respectivement la conductivité,

le champ électrique et la densité de charge. La densité de charge est reliée au champ par l'équation suivante :

$$D(t) = \varepsilon_0 E(t) + P(t) \quad (3.18)$$

où ε_0 et $P(t)$ sont respectivement la permittivité du vide et la polarisation. En combinant les équations (3.17) et (3.18), on obtient :

$$J(t) = \sigma \cdot E(t) + \varepsilon_0 \frac{\partial E(t)}{\partial t} + \frac{\partial P(t)}{\partial t} \quad (3.19)$$

La polarisation est reliée au champ électrique par le biais d'une fonction $f(t)$ appelé la fonction de réponse d'un matériau. C'est cette fonction de réponse qui caractérise les propriétés diélectriques d'un matériau. En considérant qu'un matériau réagit toujours avec un certain retard à l'application d'un champ électrique, on peut alors écrire la polarisation sous la forme suivante [6] :

$$P(t) = \varepsilon_0 \int_0^{\infty} f(\tau) E(t - \tau) d\tau \quad (3.20)$$

Les phénomènes de polarisation rapides peuvent être séparés des phénomènes plus lents en utilisant l'expression suivante pour la fonction de réponse [6] :

$$f(t) : \begin{cases} \int_0^{\varepsilon} f(t) dt = \chi_{\infty} \\ = f_s(t) & t > \varepsilon \end{cases} \quad (3.21)$$

où χ_{∞} est la susceptibilité électrique correspondant aux phénomènes rapides. On peut donc réécrire l'équation (3.20) comme suit :

$$P(t) = \varepsilon_0 \chi_{\infty} E(t) + \varepsilon_0 \int_0^{\infty} f_s(\tau) E(t - \tau) d\tau \quad (3.22)$$

En combinant (3.22) et (3.19), on obtient :

$$J(t) = \sigma \cdot E(t) + \varepsilon_{\infty} \varepsilon_0 \frac{\partial E(t)}{\partial t} + \varepsilon_0 \frac{\partial}{\partial t} \left[\int_0^{\infty} f_s(\tau) E(t - \tau) d\tau \right] \quad (3.23)$$

où $f_s(\tau)$ est la fonction de réponse concernant les mécanismes de polarisation lents. La permittivité relative à haute fréquence est donnée par: $\varepsilon_\infty = (1 + \chi_\infty)$

3.3.2 Géométrie plan-plan

En considérant un diélectrique plan-plan s'étendant de $x = 0$ à $x = L$. L'équation de Poisson s'écrit :

$$\rho = \frac{\partial D(x,t)}{\partial x} \quad (3.24)$$

où ρ est la densité de charges (en C/m^3) d'espace. Si on considère une situation sans charge d'espace, alors D ne varie pas à travers l'épaisseur du matériau et le champ électrique sera donné par :

$$E(t) = \frac{U(t)}{d} \quad (3.25)$$

où $U(t)$ est la tension appliquée et d la distance entre les électrodes. Si on applique un échelon de tension tel que :

$$E(t) = \begin{cases} 0 & \text{pour } t \leq 0 \\ E_0 & \text{pour } 0 < t \leq t_{ch} \\ 0 & \text{pour } t > t_{ch} \end{cases} \quad (3.26)$$

Alors en utilisant (3.22) et (3.23), on obtient pour le courant de charge :

$$J(t) = \sigma \cdot E_0 + [\varepsilon_0 \cdot \varepsilon_\infty \cdot \delta(t) + \varepsilon_0 \cdot f_s(t)] \cdot E_0 \quad (3.27)$$

En utilisant les relations suivantes :

$$E_o = \frac{U_o}{d} \quad \text{et} \quad I(t) = \frac{J(t)}{A}$$

L'équation (3.27) devient :

$$I(t) = U_o \cdot C_o \cdot \left[\epsilon_\infty \cdot \delta(t) + f_s(t) + \frac{\sigma}{\epsilon_o} \right] \quad (3.28)$$

où U_o est la tension appliquée

$I(t)$ est le courant mesuré par un circuit extérieur

C_o est la capacité géométrique

$\delta(t)$ est la fonction delta du Dirac.

3.3.3 Polarisation de Maxwell Wagner

L'effet Maxwell-Wagner ou l'effet de polarisation interfaciale est observé lorsqu'un matériau diélectrique est composé au moins de deux phases de propriétés diélectriques différentes ou lorsqu'il contient des impuretés macroscopiques dispersées à travers son volume. En général les matériaux composites et les isolants formés de couches successives de différents matériaux sont des cas réels de situations pouvant donner lieu à un effet de polarisation interfaciale. Le schéma électrique équivalent d'un matériau composite, utilisé pour représenter l'effet interfacial d'un diélectrique à deux phases, est illustré à la figure 10.

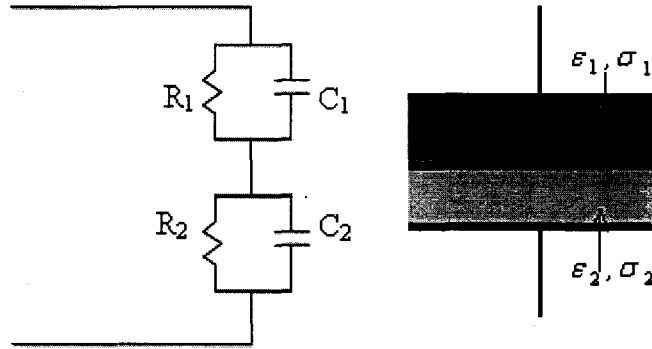


Figure 10 Circuit équivalent associé à l'effet Maxwell - Wagner

L'admittance du circuit de la figure 10 est donnée par :

$$Y = \frac{(1 + j\omega\tau_1)(1 + j\omega\tau_2)}{(R_1 + R_2)(1 + j\omega\tau)} \quad (3.29)$$

avec $\tau_1 = R_1 \cdot C_1$ et $\tau_2 = R_2 \cdot C_2$ et τ est la constante du temps de pic de relaxation interfaciale. Elle est donnée par :

$$\tau = \frac{R_1 R_2 (C_1 + C_2)}{R_1 + R_2} \quad (3.30)$$

La capacité complexe est déterminée par :

$$\hat{C}(\omega) = \frac{\hat{Y}(\omega)}{j\omega} = C'(\omega) - jC''(\omega) \quad (3.31)$$

À partir de l'équation d'admittance (3.29), on peut déterminer les équations de la capacité réelle et imaginaire, de la façon suivante :

$$\begin{cases} C'' = C_{\infty} \left[\frac{\tau}{\omega \cdot \tau_1 \cdot \tau_2} + \frac{K \cdot \omega \cdot \tau}{(1 + \omega^2 \cdot \tau^2)} \right] \\ C' = C_{\infty} \left[1 + \frac{K}{(1 + \omega^2 \cdot \tau^2)} \right] \end{cases} \quad (3.32)$$

avec C_{∞} est la capacité réelle lorsque $\omega = \infty$

K est un paramètre adimensionnel donné par :

$$K = \frac{(\tau \cdot (\tau_1 + \tau_2 - \tau)) - \tau_1 \cdot \tau_2}{\tau_1 \cdot \tau_2} \quad (3.33)$$

3.4 Mesure des diélectriques

3.4.1 Mesures dans le domaine du temps

La polarisation électrique $P(t)$ dans un matériau peut être divisée en deux termes : un représente le processus de la polarisation rapide et l'autre représente celui de la polarisation lente. Le processus de polarisation rapide est considéré comme variant simultanément avec le champ, alors que le plus lent varie avec un certain retard. On peut écrire [50] :

$$P(t) = \varepsilon_0 \cdot (\varepsilon_{\infty} - 1) \cdot E(t) + \varepsilon_0 \cdot \int_{-\infty}^t f(t - \tau) \cdot E(\tau) d\tau \quad (3.34)$$

Le terme de la polarisation rapide suit le champ électrique appliqué, mais celui de la polarisation lente est formé à partir d'une intégrale de convolution entre le champ électrique appliqué et la fonction de réponse diélectrique $f(t)$, tel que déjà mentionné

précédemment. La fonction de réponse diélectrique représente l'effet de mémoire dans un isolant électrique et présente les caractéristiques suivantes [19] :

$$\begin{cases} f(t) = 0 & \forall t < 0 \\ \lim_{t \rightarrow \infty} f(t) = 0 \end{cases} \quad (3.35)$$

Les processus de polarisation lents peuvent être mesurés à partir de la mesure des courants de polarisation et de dépolarisation dans le domaine du temps. Considérons un matériau homogène, le courant $I(t)$ peut être exprimé à partir de l'équation (3.23) par :

$$I(t) = C_0 \cdot \left[\frac{\sigma}{\epsilon_0} \cdot U(t) + \epsilon_\infty \cdot \frac{dU(t)}{dt} + \frac{d}{dt} \int_0^t f(t-\tau) \cdot U(\tau) d\tau \right] \quad (3.36)$$

Maintenant considérons que l'isolant à tester est totalement déchargé (initialement à $t=0$) et qu'un échelon de tension U_0 est appliqué à l'instant $t=0$. Le courant de polarisation $I_{pol}(t)$ peut alors être exprimé par l'équation suivante :

$$I_{pol}(t) = C_0 \cdot U_0 \cdot \left[\frac{\sigma}{\epsilon_0} + f(t) \right] \quad (3.37)$$

Le courant de polarisation résultant après l'application d'un échelon de tension U_0 est formé de deux termes : un est relié à la conductivité de l'isolant à tester et l'autre est relié à l'activation des différents processus de polarisation dans l'isolant à tester. Après un temps de charge t_c , la tension appliquée est mise à zéro et l'isolant à tester est court-circuité à travers l'appareil de mesure. Le courant de dépolarisation est ainsi généré. Ce courant représente la relaxation des processus de polarisation. Selon le principe de

superposition, le courant de dépolarisation $I_{\text{depol}}(t)$ après le court-circuit est donné par l'expression suivante :

$$I_{\text{depol}}(t) = -C_0 \cdot U_0 \cdot [f(t) - f(t + t_c)] \quad (3.38)$$

Le second terme dans l'équation (3.38) peut être négligé pour des grandes valeurs de t_c et le courant de dépolarisation devient proportionnel à la fonction de réponse diélectrique [20] :

$$f(t) \approx \frac{I_{\text{depol}}}{C_0 \cdot U_0} \quad (3.39)$$

Donc il est possible d'estimer la conductivité σ à partir du courant de polarisation et de dépolarisation.

$$\begin{aligned} \sigma &= \frac{\epsilon_0}{C_0 \cdot U_0} [I_{\text{pol}}(t) + I_{\text{depol}}(t)] \\ \sigma &= \frac{\epsilon_0}{C_0 \cdot U_0} \cdot I_{\text{dc}}(t) \end{aligned} \quad (3.40)$$

Chaque isolant électrique a sa propre et unique fonction de réponse diélectrique. Des fonctions de réponse diélectrique représentant les processus de polarisation lents trouvés dans des isolants électriques sont présentés dans la figure 11 [18].

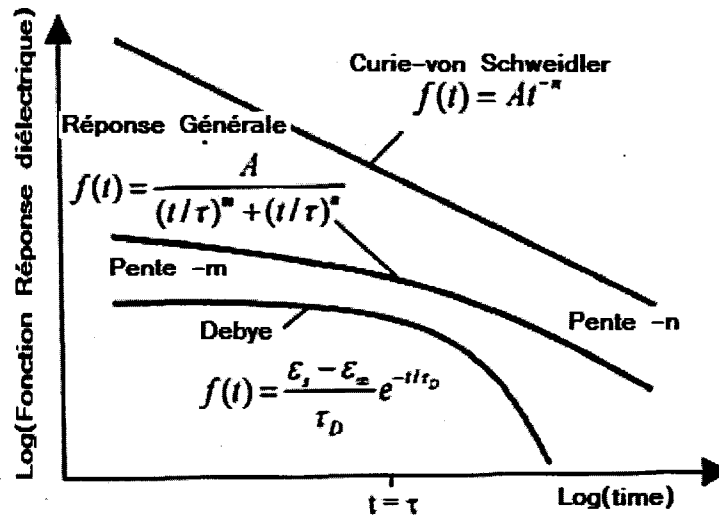


Figure 11 Différents types de réponse diélectrique dans le domaine du temps

3.4.1.1 Le courant capacitif ($I_{cap}(t)$)

Le courant capacitif est donné par la relation habituelle des condensateurs :

$$I_{cap} = C \cdot \frac{dU}{dt} \quad (3.41)$$

Où C est la capacité de l'échantillon en Farad et U est la tension aux bornes de l'échantillon. Comme on peut le voir, lorsque la tension aux bornes du condensateur est constante, par exemple 1000 V lors de la charge et 0 V lors de la décharge pour nos essais temporels, ce terme devient mathématiquement égal à zéro. Ce terme est non négligeable seulement pendant une courte durée, qui dépend de la valeur de la résistance, R_m , utilisée. Considérons un circuit $R_m \cdot C$ composé d'une résistance en série (appelée résistance de mesure) avec un condensateur de capacité C . Alors, pendant la charge, le courant capacitif est donné par :

$$I_{cap} = \frac{U}{R_m} \cdot e^{-\frac{t}{R_m \cdot C}} \quad (3.42)$$

En pratique, on essaie d'ajuster la résistance de mesure de telle sorte que la constante de temps $R_m \cdot C$ soit faible ($R_m \cdot C < 0,01$ seconde). En effet, puisque l'acquisition des données commence approximativement à partir d'une valeur de l'ordre de 0,1s après le début de la charge (ou de la décharge), le courant capacitif peut alors être considéré comme négligeable. Si la constante de temps $R_m \cdot C$ est trop élevée, le courant capacitif apparaît au début de la courbe de charge et de décharge.

3.4.1.2 Le courant de conduction directe ($I_f(t)$)

On appelle courant de conduction directe (ou bien aussi courant de fuite), le courant qui mesure la contribution des charges électriques provenant d'une électrode, traversant l'isolant le long des surfaces ou à travers le volume du diélectrique et atteignant la deuxième électrode. Ce courant est proportionnel à la tension appliquée aux bornes de l'échantillon si l'échantillon est en régime ohmique ou linéaire.

3.4.1.3 Le courant d'absorption ou de relaxation diélectrique ($I_{abs}(t)$)

Le courant d'absorption ou de relaxation diélectrique provient essentiellement de deux sources : les déplacements de charges électriques (électrons ou ions) à l'intérieur du diélectrique et le changement d'orientation de dipôles électriques dans le matériau. Ce courant est le plus important parmi les trois contributions au courant total parce qu'il est intimement relié à l'état du matériau diélectrique alors que le courant de conduction directe est souvent relié à des paramètres extrinsèques comme l'encrassement des

surfaces ou l'absorption d'humidité, et que le courant capacitif reflète uniquement l'arrangement instrumental utilisé pour la mesure.

Lors de l'application d'un échelon de tension, ce courant décroît avec le temps de telle sorte que sa contribution pour $t = \infty$ est nulle. Les deux formes mathématiques rencontrées le plus fréquemment pour modéliser ce type de courant sont des lois de puissance du type $I_{abs}(t) \propto t^{-n}$ et de décroissance exponentielle du type $I_{abs}(t) \propto e^{-t/\tau}$.

Le courant de déplacement est déterminé par le terme suivant : $\frac{\partial D(t)}{\partial t}$ (deuxième terme du membre de droite de l'équation (3.17)), et ce terme représente la somme du courant capacitif et du courant d'absorption.

3.4.1.4 Les courants de charge et de décharge

Le courant de charge est déterminé par l'équation (3.43). En effet, il représente la somme des courants de conduction directe, capacitif et d'absorption :

$$I_{ch}(t) = I_{dc}(t) + I_{cap}(t) + I_{abs}(t) \quad (3.43)$$

Généralement, tel que mentionné précédemment, les conditions instrumentales sont tel que le courant capacitif est négligeable devant le courant d'absorption dès la première mesure. Le courant de déplacement se réduit donc au courant d'absorption.

Étant donné que le courant capacitif est négligeable, on peut écrire :

$$I_{charge} = I_{abs} + I_{dc} \quad (3.44)$$

Quant au courant de décharge, il ne mesure que la contribution du courant d'absorption, le courant de conduction directe et le courant capacitif étant nuls ($U = 0$ et $dU/dt = 0$). Le signe du courant de décharge est l'opposé à celui du courant de charge :

$$I_{déch} = -I_{abs} \quad (3.45)$$

On peut donc isoler le courant de conduction directe en additionnant les courants de charge et de décharge puisque :

$$I_{dc} = I_{ch} + I_{déch} \quad (3.46)$$

Il est bon de mentionner que les équations (3.45) et (3.46) ne sont valables que si le courant d'absorption est réversible, c'est-à-dire si le diélectrique se comporte de façon linéaire. En pratique, cette condition de linéarité n'est pas toujours respectée [10], mais pour les essais réalisés à des valeurs de tension relativement moyenne (de l'ordre de 1000V), elle semble l'être. C'est pourquoi nous utilisons dans ce présent travail le courant de décharge pour calculer plusieurs paramètres de diagnostic. L'avantage de l'utilisation du courant de décharge est évidemment d'obtenir directement le courant d'absorption puisque le terme de conduction directe n'apparaît pas dans l'équation (3.45).

3.4.1.5 Normalisation par la capacité

Considérons la situation d'un condensateur plan aux bornes duquel une différence de potentiel U est appliquée. On peut alors écrire :

$$\begin{cases} J(t) = \frac{I(t)}{A} \\ D(t) = \varepsilon_0 \cdot E(t) + \varepsilon_0 \cdot \int_0^{\infty} f(\tau) \cdot E(t-\tau) \cdot d\tau \\ E(t) = \frac{U(t)}{d} \end{cases} \quad (3.47)$$

où $I(t)$ est le courant en Ampère. A est la surface et d la distance inter - électrodes. En utilisant les équations ci-dessus dans l'équation (3.17), on obtient :

$$I(t) = \frac{A \cdot \varepsilon_0}{d} \cdot \left[\frac{\sigma}{\varepsilon_0} \cdot U(t) + \varepsilon_0 \cdot \frac{\partial}{\partial t} \left(U(t) + \int_0^{\infty} f(\tau) \cdot U(t-\tau) \cdot d\tau \right) \right] \quad (3.48)$$

Le terme $\frac{A \cdot \varepsilon_0}{d}$ de l'équation (3.48) ci-dessus représente la capacité sous vide de l'échantillon ou la capacité géométrique, que nous appelons C_0 . On constate donc que, peu importe la nature de l'échantillon testé, le courant est toujours proportionnel à C_0 . Pour comparer deux échantillons de taille différente, il est important de prendre en considération la capacité de chacun. Une façon simple de procéder est de diviser les courants de charge et de décharge par une valeur standard de capacité. La capacité standard utilisée pour la normalisation est celle qui est mesurée par un appareil de mesure normalisé (multimètre).

3.4.1.6 Correction du courant de décharge

Le protocole expérimental consiste à appliquer une tension $U(t)$ durant un certain temps de charge t_{ch} . L'acquisition de courant de décharge durant un temps $t_{déch}$ est ensuite effectuée en court-circuitant l'échantillon. Physiquement, cette expérience est tout à fait équivalente à appliquer un échelon de tension $+U(t)$ durant toute la durée de charge et de décharge et à superposer à cet échelon de tension un échelon inverse

$-U(t)$ à partir de $t_{\text{déch}}$ (théorème de superposition). Ceci est illustré à la figure 12.

Considérons maintenant que le courant de charge peut être modélisé approximativement par une loi de puissance telle que :

$$I_{\text{ch}}(t) = A \cdot t^{-n} \quad t < t_{\text{ch}} \quad (3.49)$$

À partir du début de la décharge, au courant donné par l'équation ci-dessus se superpose le courant produit par l'échelon de tension $-U(t)$. En ramenant la position $t = 0$ au début de la décharge, on obtient donc :

$$I_{\text{déch}}(t) = A \cdot (t + t_{\text{ch}})^{-n} - A \cdot t^{-n} \quad (t > t_{\text{ch}}) \quad (3.50)$$

Si $t_{\text{ch}} = \infty$, le terme $A(t + t_{\text{ch}})^{-n}$ de l'équation (3.50) est nul et le courant mesuré lors du cycle de décharge correspond exactement au courant véritable de décharge. Mais expérimentalement, le temps de charge est fini de telle sorte que le terme $A \cdot (t + t_{\text{ch}})^{-n}$ (premier terme du membre de droite de l'équation (3.50)) peut potentiellement perturber la forme de la courbe de décharge.

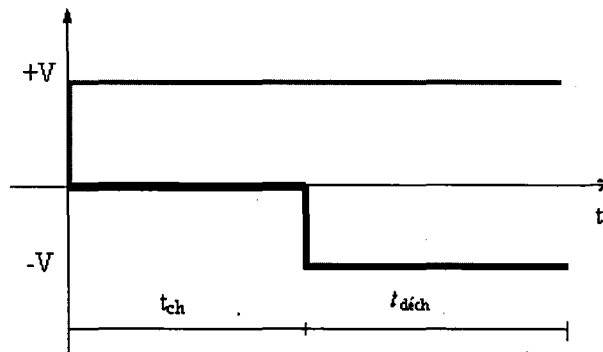


Figure 12 Méthode de superposition pour le courant de décharge

3.4.2 Mesures dans le domaine des fréquences

Dans la littérature, plusieurs méthodes de mesure dans les domaines des fréquences ont été proposées telles que la méthode en courant continu [51], la méthode de Cole-Cole [51], la méthode de Schering [51] et la méthode des fréquences élevées [51]. Toutes ces méthodes se basent sur la mesure de la permittivité complexe.

En effet, la composante réelle de la permittivité complexe ε' peut être déterminée par la variation capacitive entre électrodes, et la permittivité imaginaire ε'' est déterminée par le facteur de perte $\tan \delta$.

3.4.2.1 La Méthode non destructive

Une méthode équivalente pour l'étude du terme de polarisation lente est une étude de la réponse diélectrique dans le domaine des fréquences avec une excitation sinusoïdale. Quand seulement les excitations sinusoïdales sont considérées, la transformée de Fourier est applicable à l'équation (3.36) comme suit :

$$\hat{I}(\omega) = C_0 \cdot \left[\frac{\sigma}{\varepsilon_0} \cdot U(\omega) + i \cdot \omega \cdot \varepsilon_\infty \cdot \hat{U}(\omega) + i \cdot \omega \cdot \hat{\chi}(\omega) \cdot \hat{U}(\omega) \right] \quad (3.51)$$

Où $\hat{\chi}(\omega)$ est la transformée de Fourier de la fonction de réponse diélectrique $f(t)$.

$\hat{I}(\omega)$, $\hat{U}(\omega)$ sont les phaseurs complexes de $I(t)$ et $U(t)$

ω , est la fréquence angulaire.

$\hat{\chi}(\omega)$ est défini comme la susceptibilité diélectrique complexe.

Le lien entre le domaine du temps et le domaine des fréquences se fait par la transformée de Fourier. Si le matériau diélectrique est linéaire, homogène et isotrope, le principe de

superposition est valide et donne lieu à la relation suivante liant le domaine du temps au domaine des fréquences :

$$\hat{f}(\omega) = \int_0^{\infty} f(t) \cdot e^{i \cdot \omega \cdot t} dt = \hat{\chi} = \chi'(\omega) - i\chi''(\omega) \quad (3.52)$$

Le courant total dans le matériau diélectrique sous l'excitation $\hat{U}(\omega)$ peut être exprimé comme suit :

$$\begin{aligned} \hat{I}(\omega) &= i \cdot \omega \cdot C_0 \left[\epsilon_{\infty} + \chi'(\omega) - i \left(\frac{\sigma}{\epsilon_0 \cdot \omega} + \chi''(\omega) \right) \right] \hat{U}(\omega) \\ &= i\omega \cdot C_0 \cdot (\epsilon'(\omega) - i\epsilon''(\omega)) \cdot \hat{U}(\omega) = i\omega \cdot C_0 \cdot \hat{\epsilon}(\omega) \cdot \hat{U}(\omega) \end{aligned} \quad (3.53)$$

où $\hat{\epsilon}(\omega)$ est la permittivité relative complexe. Ainsi dans plusieurs situations, il est plus commode d'employer la permittivité relative complexe au lieu de la susceptibilité complexe [21]. Le facteur de perte $\text{tg}\delta(\omega)$ dans le domaine des fréquences peut être défini comme suit.

$$\text{tg } \delta(\omega) = \frac{\epsilon''(\omega)}{\epsilon'(\omega)} = \frac{\frac{\sigma}{\epsilon_0 \cdot \omega} \cdot \chi''(\omega)}{\epsilon_{\infty} + \chi'(\omega)} \quad (3.54)$$

3.4.2.2 Transformation des données temporelles dans le domaine des fréquences

Les mesures des pertes diélectriques à très basses fréquences sont sensibles aux mouvements des porteurs de charge, ioniques ou électroniques. Elles se révèlent particulièrement bien adaptées à la détection de défauts dans les diélectriques utilisés en électrotechnique. Dans le domaine du temps, ces mesures peuvent être effectuées en appliquant un échelon de tension aux bornes du diélectrique et en observant la forme du

courant de charge et de décharge en fonction du temps. Les contributions des courants à différentes fréquences peuvent être obtenues en appliquant la transformée de Fourier à la courbe de charge ou de décharge. En effet, à partir des mesures du courant en fonction du temps, les valeurs des capacités réelles et imaginaires peuvent être obtenues par les équations suivantes.

$$\begin{cases} C'(\omega) = \frac{1}{U} \int_0^{\infty} i(t) \cdot \cos(\omega t) dt + C_{\infty} \\ C''(\omega) = \frac{1}{U} \int_0^{\infty} i(t) \cdot \sin(\omega t) dt \end{cases} \quad (3.55)$$

Où C_{∞} est la capacité à haute fréquence. Il est à noter que lorsque le courant utilisé dans les équations (3.55) est un courant de décharge, un terme doit être ajouté à la capacité imaginaire pour tenir compte de la conduction directe. En théorie, les deux équations ci-dessus (3.55) peuvent être résolues numériquement pour n'importe quelle valeur de la fréquence angulaire. En pratique, la mesure du courant est limitée dans le temps entre deux points t_1 et t_2 , ce qui limite approximativement la plage de fréquence comprise entre $(\frac{1}{t_1})$ et $(\frac{1}{t_2})$.

Plusieurs autres méthodes de calcul à ce propos sont rencontrées dans la littérature [22-24]. Considérons que la valeur de $C'(\omega)$ varie peu en fonction de la fréquence, ce qui est généralement le cas pour les bons diélectriques. On peut alors se contenter de ne calculer que la dispersion de la partie imaginaire de la capacité. Il est généralement possible d'utiliser une approximation simple de l'intégration ci-dessus, connue sous le nom de l'approximation d'Hamon [24]. On peut alors calculer $C''(\omega)$ par :

$$C''(f) \cong \frac{i(\frac{0,1}{f})}{2 \cdot \pi \cdot f \cdot U} \quad (3.56)$$

Où f est la fréquence en Hz. L'équation ci-dessus permet de calculer la valeur de $C''(f)$ à toutes les fréquences correspondant au temps de charge ou de décharge pour lesquelles $f = \frac{0,1}{t}$.

Le courant $I(t)$ peut être soit celui de charge, soit de décharge. L'utilisation du courant de charge permet de superposer les pertes dues au courant de conduction directe à celles dues au courant de déplacement. Il est intéressant de constater que cette méthode permet de « gagner une décade vers le bas », c'est-à-dire que la mesure du courant de l'ordre de 10^3 secondes permet d'estimer la valeur des pertes diélectriques à 10^{-4} Hz. On constate aisément que la méthode temporelle est beaucoup plus rapide que la méthode fréquentielle pour les mesures à basses fréquences.

Si on considère que la partie réelle de la capacité reste à peu près constante en fonction de la fréquence, la tangente de l'angle des pertes peut être reliée directement au courant mesuré dans le temps, tel que exprimé par l'équation suivante :

$$\operatorname{tg} \delta \cong \frac{i\left(\frac{0,1}{f}\right)}{2 \cdot \pi \cdot f \cdot U \cdot C} \quad (3.57)$$

Où C représente la capacité de l'échantillon mesurée par un appareil de mesure tel que le multimètre.

3.5 Méthodes temporelles de diagnostic des systèmes d'isolations

3.5.1 Méthode d'échelons de tension

Cette méthode implique l'application d'un échelon de tension pendant un intervalle de temps bien déterminé (voir figure 13). Le courant mesuré s'appelle alors courant de charge ou courant de polarisation. Lors de l'application de l'échelon de tension, la mesure du courant de charge permet de mesurer à la fois le courant d'absorption et de fuite. Des variations significatives de ce courant peuvent être masquées par les variations de courant d'absorption. Pour réduire au minimum les effets du courant d'absorption, la tension appliquée peut être maintenue à chaque niveau assez longtemps pour permettre au courant d'absorption de tendre vers une valeur négligeable. Ce temps de stabilisation peut être très long [11].

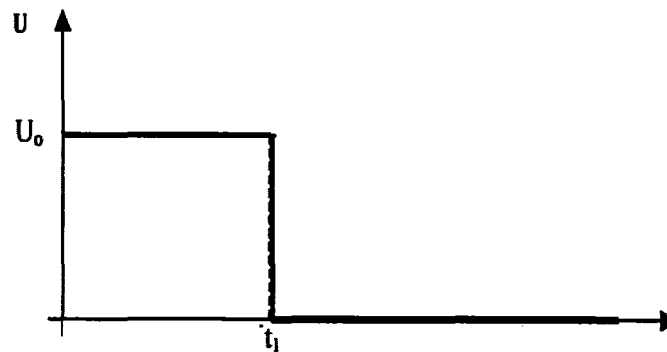


Figure 13 Application d'un échelon de tension

Ainsi, le rapport entre la valeur de tension appliquée et le courant de fuite reflète de la résistance équivalente du système d'isolation à la masse.

$$R = \rho \cdot L / A \quad (3.58)$$

ρ , L et A sont respectivement la résistivité du matériau, la longueur du chemin et la section de l'échantillon.

3.5.2 Méthode en rampe de tension

L'approche, utilisée pour former la rampe en tension, est réalisée sous forme d'une montée progressive en tension à des intervalles temporels très courts (voir figure 14). Cette technique linéarise approximativement la composante du courant d'absorption.

Ainsi les déviations dues au courant de fuite seront facilement visualisées. Le courant mesuré en fonction de la tension appliquée est tracé dans un graphique de coordonnées X-Y, fournissant l'observation et l'analyse en continue de la réponse de l'isolation pendant la progression de l'essai.

Dans le domaine des machines tournantes, l'essai de rampe à haute tension en courant continu s'est avéré être un moyen efficace pour établir une bonne maintenance préventive pour éviter des éventuels échecs en service [25]. En outre, cette méthode permet de n'utiliser qu'une seule personne pour l'exécution des essais disposant d'un contrôle suffisant pour éviter l'endommagement de l'isolation lors de ces essais. Ce type d'essai est relativement de courte durée.

La plupart des mesures, effectuées suivant cette méthode, propose une augmentation lente et continue de la tension appliquée au taux de 1 kV/min ou 18 V/s de telle sorte qu'il sera peu susceptible d'endommager l'isolation par rapport à l'application d'une tension au taux de 1 kV/s [25].

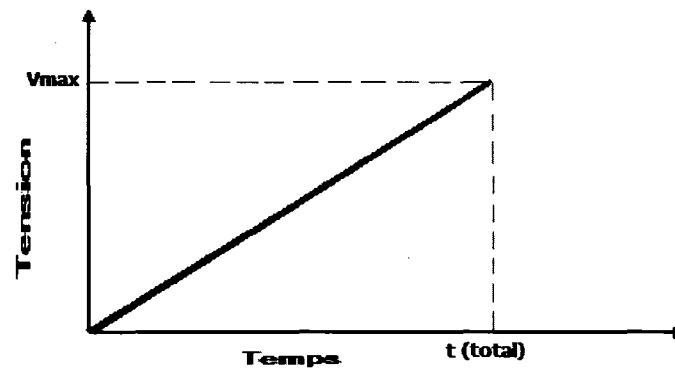


Figure 14 Méthode de rampe en tension

3.5.3 Méthode de tension de retour

Pour la méthode de tension de retour, l'échantillon est soumis à une tension en courant continu pendant un certain temps, puis il est mis en court-circuit pendant une courte période, ensuite il est laissé en circuit ouvert. La tension aux bornes de l'échantillon durant le circuit ouvert est alors mesurée.

Le courant de décharge peut être relié à la tension de retour par l'approximation suivante [29].

$$I_{déch} \approx C \frac{dU_r(t)}{dt} \quad (3.59)$$

La figure 15 suivante illustre cette méthode [29, 55].

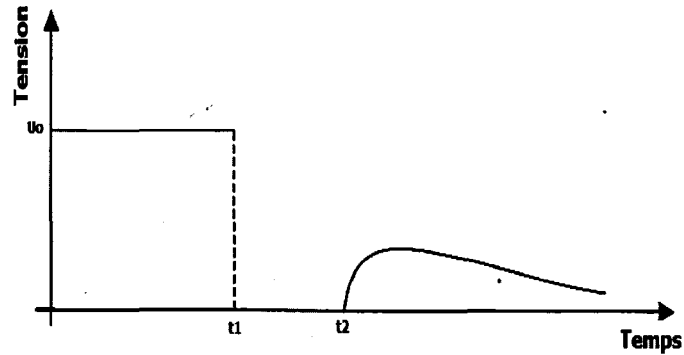


Figure 15 Méthode de tension de retour

Lors de l'application des diverses méthodes, ils existent souvent des sources d'erreurs qui ne sont pas toujours faciles à détecter pendant le déroulement de la mesure. Ces erreurs vont agir sur la modélisation et l'interprétation des résultats de mesure, d'où une mauvaise évaluation d'état du système d'isolation. Identifions ces sources d'erreurs afin de les minimiser par la suite.

3.6 Effet de charge et de décharge

3.6.1 Effet du temps de charge

Le courant d'absorption est nécessaire pour évaluer l'état d'isolation de l'échantillon. Cependant, le courant de décharge est affecté par le temps de charge. On peut se baser sur le principe de superposition pour démontrer ce phénomène. En appliquant un échelon de tension à l'échantillon à tester, pour $t = 0$, le courant d'absorption peut être représenté par la relation suivante :

$$I_{abs}(t) = U \cdot K \cdot t^{-n} \quad (3.60)$$

où U est la tension de charge et K et n sont des constantes. Le courant de décharge $I_{déch}(t)$ obtenu, en court-circuitant à $t = T$, devient :

$$I_{abs}(t_1) = U \cdot K \cdot (t_1^{-n} - (t_1 + T)^{-n}) \quad (3.61)$$

avec $t_1 = t - T$.

La figure suivante illustre les courants de décharge théoriques pour $K=110$ et $n=0.82$ [32].

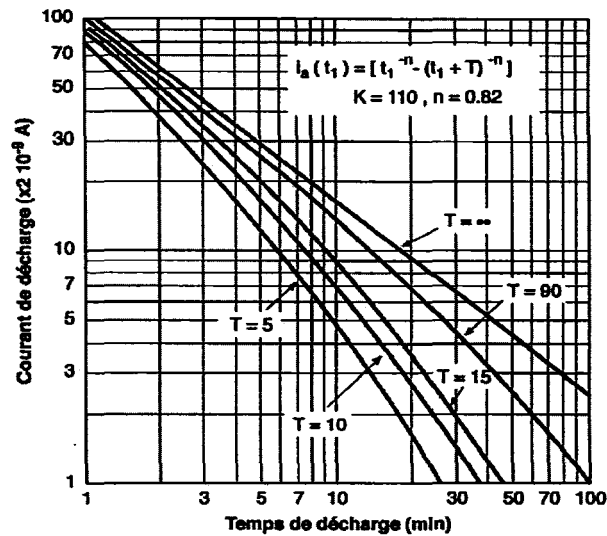


Figure 16 Courbes de décharge théoriques pour différents temps de charge

Le fait de choisir un temps de charge trop court produit un courant de décharge pour lequel les valeurs de n et de K sont déformées par rapport aux valeurs réelles. Les courbes pour un temps de charge incomplet s'éloignent rapidement d'une ligne droite sur un graphe logarithmique lorsque l'on raccourcit le temps de charge (voir figure 16 et figure 17). Le choix des meilleures valeurs de K et de n pour déterminer le courant

d'absorption dépend de la période de charge dans lequel le courant d'absorption devrait être négligeable par rapport au courant de décharge [32].

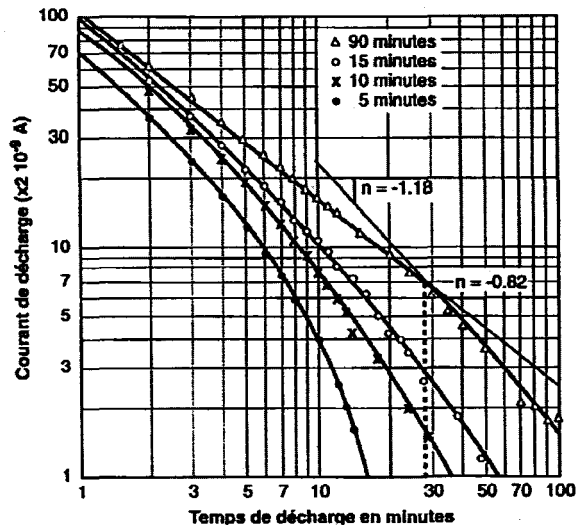


Figure 17 Courant de décharge théorique pour différents temps de charge

3.6.2 Effet du temps de décharge

La même perturbation artificielle se produit pour l'effet du temps de décharge sur le courant de charge, surtout lors des mesures à répétition à tension constante ou décroissante. Ce phénomène peut être observé quand on applique à $t = 0$ une tension U_1 à un échantillon, et à $t = T_1$ l'échantillon est mis en court-circuit. Maintenant, on applique de nouveau une tension U_2 à $t = T_2$, en supposant que le courant d'absorption prédomine (les autres composantes du courant sont considérées comme négligeables) et en appliquant toujours le principe de superposition, le courant lu pendant l'application du troisième échelon de tension est :

$$I_{a3}(t_2) = U_1 \cdot K \cdot (t_2 + T_2)^{-n} - U_1 \cdot K \cdot (t_2 + T_2 - T_1)^{-n} + U_2 \cdot K \cdot t_2^{-n} \quad (3.62)$$

Avec $t_2 = t_I - T_2$.

Les deux figures suivantes montrent théoriquement les différentes formes des courbes obtenues lors de l'application de deux échelons de tension d'amplitude différentes. La comparaison des formes de la première et de la deuxième courbe de charge nous permet de détecter aisément le type d'erreur existant [32].

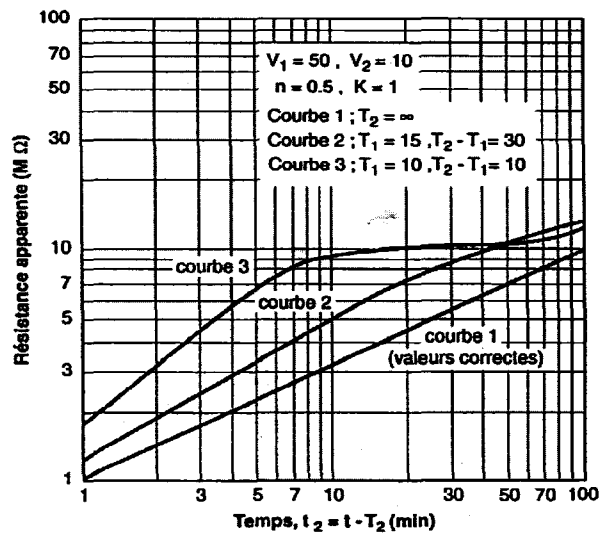


Figure 18 Effet de temps de décharge sur les caractéristiques de charge apparition de courant d'absorption.

Dans certain cas le courant d'absorption peut devenir négatif et la courbe de résistance en fonction du temps dépassera la valeur de résistance due au courant de fuite [32].

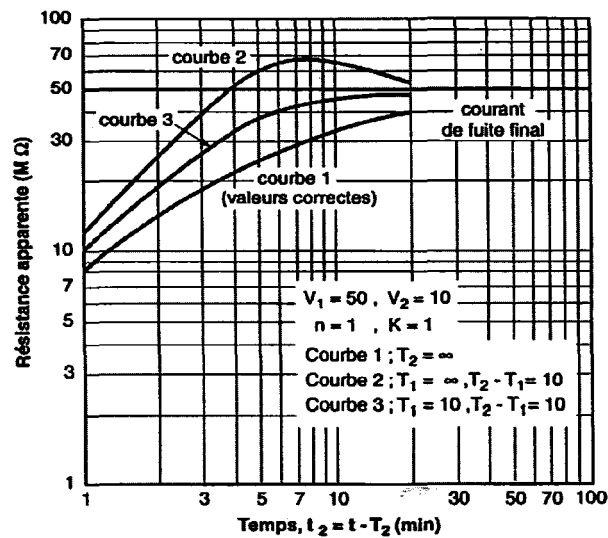


Figure 19 Effet de temps de décharge et apparition de courant de fuite

Le temps de décharge nécessaire pour diminuer l'amplitude du courant de décharge jusqu'à l'atteinte d'une valeur négligeable diminue quand le rapport des deux premiers échelons de tension diminue également. Par exemple les erreurs montrées aux figures 18 et figure 19 seraient réduites par un facteur 25 si les amplitudes des échelons de tension avaient été inversées.

3.6.3 Effet des conditions environnementales

Parmi les facteurs les plus importants affectant les courants de charge et de décharge, notons la température et l'absorption d'humidité. En effet, la résistance électrique des diélectriques solides décroît avec la température. Cette dépendance est habituellement modélisée par une équation empirique pour laquelle R varie exponentiellement avec la température. On peut utiliser des facteurs de corrections publiés dans les normes [11] pour tenir compte de l'influence de la température, mais malheureusement ces facteurs de correction, ne sont pas nécessairement les mêmes pour le courant d'absorption et le courant de conduction.

Aussi, il est recommandé de faire les essais dans des milieux à environnement contrôlé (température et humidité identiques) sinon des différences systématiques apparaîtront lors de la comparaison et de la modélisation des résultats entre eux.

3.7 Instrumentation de laboratoire pour des mesures spectroscopiques dans le domaine du temps (TDS)

Dans la dernière décennie, plusieurs travaux ont porté sur la possibilité de mesurer les pertes diélectriques en utilisant un échelon de tension ainsi que l'application de cette méthode comme outil de diagnostic en électrotechnique, tel qu'illustré à la figure 21 [55].

Une instrumentation de laboratoire a été développée afin de mesurer les courants de polarisation et de dépolarisation après l'application d'un ou de plusieurs échelons de tension parfois plus élevée que 1000 V (figure 22).

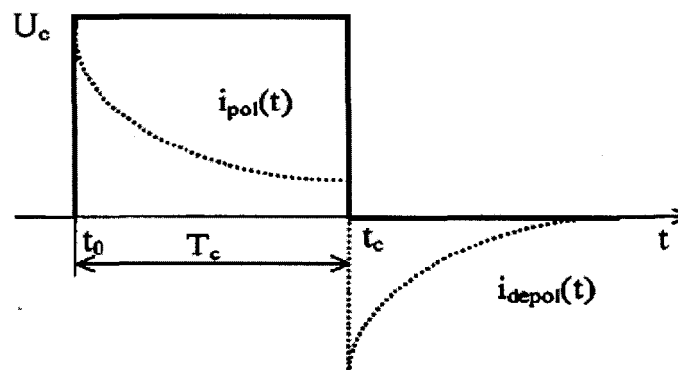


Figure 20 Courant de charge et décharge pour la méthode temporelle

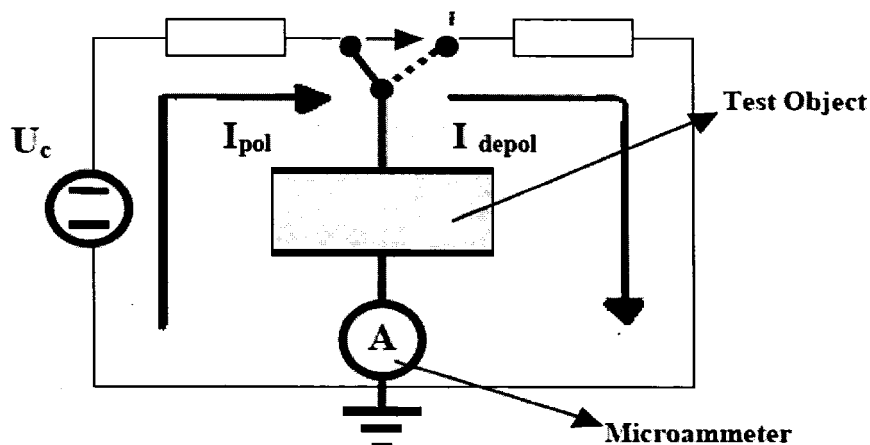


Figure 21 Méthode de mesure pour le cas d'un échelon de tension

La polarisation à haute tension (jusqu'à 60kV) permet d'obtenir des courants de polarisation beaucoup supérieurs au bruit ambiant et d'éliminer aussi les fluctuations dans les mesures. Cet instrument peut être conçu à partir des instruments existants sur le marché. La description de l'instrumentation développée et utilisée dans notre cas sera présentée dans les chapitres suivants. Le schéma simplifié de cette instrumentation est montré à la figure 22.

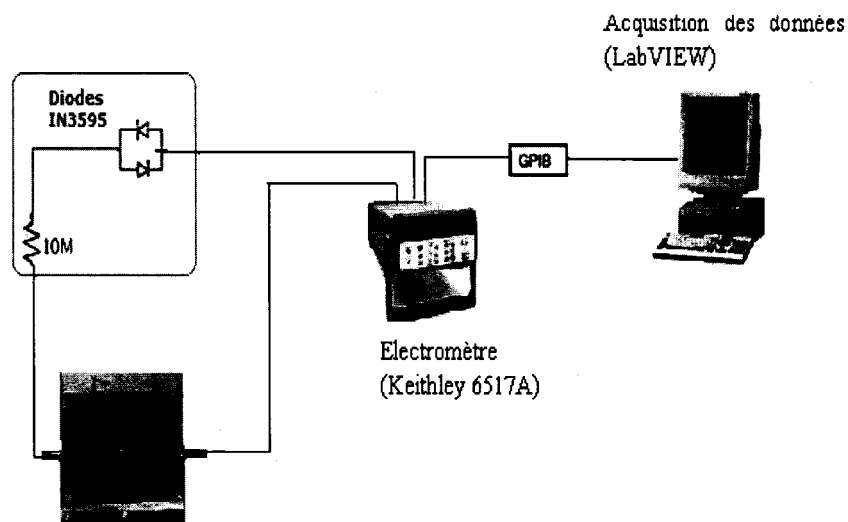


Figure 22 Schéma bloc de l'instrumentation pour la mesure TDS d'une barre, montée en laboratoire

La figure 22 ci-dessus montre le schéma du montage utilisé pour les essais en laboratoire. L'échantillon est un matériau diélectrique entre deux électrodes de cuivre. Une résistance de valeur de $10M\Omega$ est branchée en série avec l'échantillon joue deux rôles importants. Le premier est de protéger l'électromètre et les autres appareils de mesure contre les forts courants capacitifs survenant au début de la charge et de la décharge. L'autre fonction de la résistance de circuit de protection est d'obtenir une bonne immunité au bruit lors des mesures. L'électromètre a une entrée de type amplificateur de courant qui nécessite un contrôle de l'impédance de l'objet d'essai. Pour obtenir de bons résultats de mesure sur un objet capacitif, il est préférable d'utiliser une résistance en série donnant une constante de temps variant entre 0.5s et 2s. Cette constante de temps peut être réduite par l'utilisation de diodes montées en tête- bêche dans le circuit de mesure. L'impédance de protection qui se compose d'une résistance et d'un pont de diode sert donc à protéger l'électromètre en limitant les courants.

Les diodes en série avec la résistance de $10M\Omega$ permettent d'augmenter l'impédance totale lors des mesures à faible courant.

Pour avoir un bon rapport signal / bruit, il est nécessaire de faire la combinaison de la résistance et du pont de diodes comme il est indiqué à la figure 22.

3.8 Conclusion

Dans ce chapitre on a étudié la théorie fondamentale des diélectriques, qui va nous permettre de diagnostiquer l'état des systèmes d'isolation étudiés. Par la suite, on a fait une description des différentes méthodes qui seront appliquées lors de nos mesures et des techniques de passage du domaine temporel au domaine fréquentiel.

Les systèmes d'isolation qui ont été analysés dans ce présent travail de recherche sont multiples. En effet, on a eu l'occasion de travailler sur les composites polymériques renforcés par des particules notamment le carbure de silicium et l'alumine. Ces particules sont largement utilisées pour leurs propriétés électriques exceptionnelles permettant le contrôle du champ électrique. On a également étudié le cas de bobines de gros générateurs hydro-électriques à base de polyester ainsi que les systèmes d'isolation des transformateurs.

Dans le chapitre suivant, on étudiera les matériaux composites d'une façon générale, tout en mettant en évidence leurs propriétés électriques.

CHAPITRE 4

CARACTÉRISATIONS ÉLECTRIQUES DE MATÉRIAUX COMPOSITES

4.1 Introduction

La caractérisation des propriétés électriques des matériaux composites polymériques est une tâche très importante et difficile. Les matériaux composites polymériques renforcés par des particules présentent un niveau de difficulté supérieur dû à plusieurs critères tels que la complexité de la disposition des renforts. Cependant, la caractérisation des propriétés diélectrique s'avère nécessaire afin de pouvoir utiliser ces matériaux dans les systèmes d'isolations. En électrotechnique, les polymères renforcés par des particules de carbure de silicium ou d'alumine sont très utilisés à cause de leurs propriétés électriques exceptionnelles permettant le contrôle du champ électrique.

Plusieurs techniques de contrôle non destructif sont utilisées pour les composites polymériques renforcés. Ces techniques sont de type mécanique, magnétique et électrique. Les mesures de permittivité complexe ou de conductivité électrique ne sont pas compliquées et ne demandent pas des équipements coûteux. Mais la difficulté réside au niveau de l'interprétation des résultats.

Dans le cadre de notre mémoire, les matériaux composites qui feront l'objet d'une investigation sont des composites à matrices d'époxy renforcés par des particules de carbure de silicium et d'alumine. Des mesures diélectriques ont été effectuées sur ces échantillons. Ces essais ont été effectués à la fois dans les domaines temporels et fréquentiels. Finalement, une modélisation numérique a été développée et des études comparatives ont été effectuées.

4.2 Généralités des matériaux composites

Depuis quelques décennies, les matériaux composites polymériques ont connu des développements moins rapides que celui escompté, même si ces matériaux possèdent des qualités exceptionnelles comme leur faible densité. La plupart des composites polymériques renforcés par des particules présentent une forte résistance à l'usure et à l'initiation des flammes, mais leurs coûts élevés d'une part et les difficultés de fabrication d'autre part ont ralenti leur utilisation.

Les matériaux composites possèdent des caractéristiques mécaniques et physiques qui dépendent des propriétés et de la fraction volumique de chaque constituant ainsi de leur distribution.

Les matériaux composites se distinguent en deux grandes familles [45] :

Les composites hautes performances « HP » se composent généralement de carbone ou d'aramide et de résines thermodurcissables (résines époxydes) ou thermostables et de fibres continues de verre R. Les composites grandes diffusions « GD » se composent de fibre de verre E et de résine thermodurcissable ou thermoplastique. Les composites HP ne s'adaptent pas aux cadences rapides, indispensables pour la fabrication de produits en grande quantité et ont un coût de fabrication très élevé (de 200 à 1000 \$/kg contre 20 à 30 \$/kg pour les composites « GD »), ce qui limite réellement leur utilisation dans le secteur industriel où leurs performances peuvent être utilisées au mieux (pièces anisotropes douées de propriétés mécaniques spécifiquement relevées). Par contre les composites « GD » couvrent de nos jours un grand nombre de technologies et des applications extrêmement variées, le renfort se présentant sous forme de fibres coupées, de tissus ou de particules.

Dans l'industrie, les applications des composites renforcées sont nombreuses. Un attrait particulier de ces matériaux réside dans la possibilité de fabriquer des composites sur mesure avec le choix de la nature des particules, de leur taille et leur concentration.

Comme on a mentionné au début, il existe plusieurs techniques de contrôle non destructif pour ces matériaux. Deux de ces techniques sont les mesures diélectriques et la mesure de la propagation des ultrasons.

4.3 Méthodes non destructives des matériaux composites

Les méthodes de contrôle non destructif utilisées pour les matériaux composites sont multiples, que ce soit mécanique comme les ultrasons, ou électrique comme les mesures de permittivité complexes, ou électromagnétique comme la diffraction et la transmission des rayons X ou des micro-ondes. Les mesures diélectriques sont utilisées de nos jours particulièrement dans le domaine des matériaux composites utilisés pour les systèmes d'isolation électrique. Elles ne demandent que des équipements simples et peu coûteux.

Dans le cadre de notre projet de recherche, nous avons utilisé seulement la méthode de la mesure de la permittivité complexe qui est utilisable industriellement, notamment dans le domaine de l'électrotechnique.

4.3.1 Méthode d'ultrasons

Le principe de la méthode des ultrasons consiste à envoyer une onde ultrasonore dans un matériau dans un premier temps et de capter ce signal par la suite. La fréquence des ondes ultrasonores est assez élevée et dépasse les 18 kHz. Le déplacement de ce type d'onde dépend de la densité de milieu. Les mesures d'ultrasons permettent de déterminer

la présence d'une fissure ou d'un défaut dans le matériau, ces défauts devront être plus gros que les longueurs d'ondes ultrasonores pour qu'ils soient vus par cette méthode.

La fraction volumique de particules de renfort dans un composite à matrice métallique peut être déduite à partir de la mesure et de la vitesse des ultrasons [66]. La vitesse d'onde ultrasonore peut être calculée par l'expression simplifiée suivante :

$$v = \lambda \cdot f = \sqrt{\frac{E}{\rho}} \quad (4.1)$$

Où v : est la vitesse d'onde en $(\frac{m}{s})$

λ : est la longueur d'onde (m)

f : est la fréquence utilisée (Hz)

ρ : est la densité, qui se détermine à partir de la loi des mélanges

E : est le module d'Young.

La température et l'humidité ont une influence importante sur la mesure de la vitesse des ultrasons dans ces composites.

4.3.2 Mesure de la permittivité complexe

La mesure de la permittivité électrique dont la théorie est détaillée dans les chapitres 2 et 3 est la méthode que nous avons appliquée dans notre projet de recherche.

En général, on peut modéliser un échantillon d'un matériau composite par un condensateur complexe avec une forte résistance en parallèle qui représente le courant de conduction directe [48].

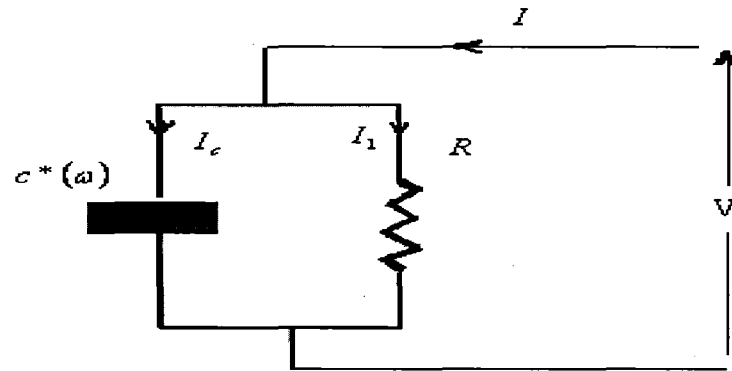


Figure 23 Modélisation d'un matériau diélectrique

Le circuit phaseur de la figure 23, représente la réponse diélectrique du matériau isolant, qui dépend généralement de sa structure physique et chimique.

On a $\hat{C}(\omega) = C_0 \cdot \hat{\epsilon}_r(\omega)$ où C_0 est la capacité équivalente à vide et $\hat{\epsilon}_r(\omega)$ est la permittivité relative ou la constante diélectrique complexe. La partie réelle de cette dernière, $\epsilon'_r(\omega)$, représente l'effet cumulatif de tous les mécanismes de polarisation de $\omega = \infty$ jusqu'à la fréquence de mesure [48].

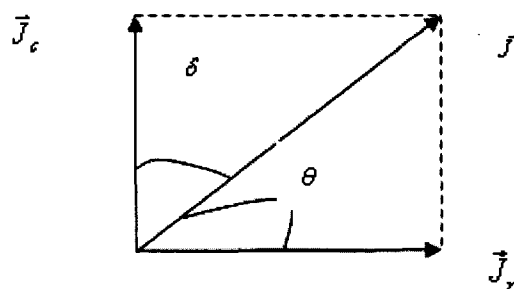


Figure 24 Diagramme des densités de courant capacitif et résistif

Le vecteur de densité de courant total du diagramme de la figure 24 est donné par :

$$\hat{J} = i \omega \cdot \hat{\epsilon} \cdot \hat{E} = \omega \cdot (i \epsilon' + \epsilon'') \cdot \hat{E} = \hat{J}_C + \hat{J}_R \quad (4.2)$$

Donc la permittivité complexe s'exprime par :

$$\hat{\epsilon}(\omega) = \epsilon'(\omega) - i\epsilon''(\omega) \quad (4.3)$$

Le facteur de perte $\text{tg}\delta(\omega)$ peut se déterminer par l'équation suivante :

$$\text{tg}\delta(\omega) = \frac{\epsilon''(\omega)}{\epsilon'(\omega)} = \frac{J_R}{J_C} \quad (4.4)$$

La partie imaginaire de la permittivité ou les pertes diélectriques est due à l'ensemble des phénomènes de polarisation actifs à la fréquence de mesure.

Comme nous avons montré dans le chapitre II, le champ électrique permet d'orienter les dipôles permanents des matériaux polaires (qui sont orientés d'une façon aléatoire en l'absence du champ) qui proviennent généralement de l'arrangement asymétrique des liaisons polarisées dans la chaîne polymérique (cas du PVC, par exemple). Ce mécanisme donne lieu à des modes de déformation de la chaîne moléculaire qui correspondent à des fréquences bien précises. En ordre croissant de leur fréquence de résonance, ces mécanismes sont conventionnellement appelés α , β , γ ... L'augmentation de la température facilite la relaxation dipolaire de ces matériaux et ces pics se translatent alors vers les hautes fréquences [57].

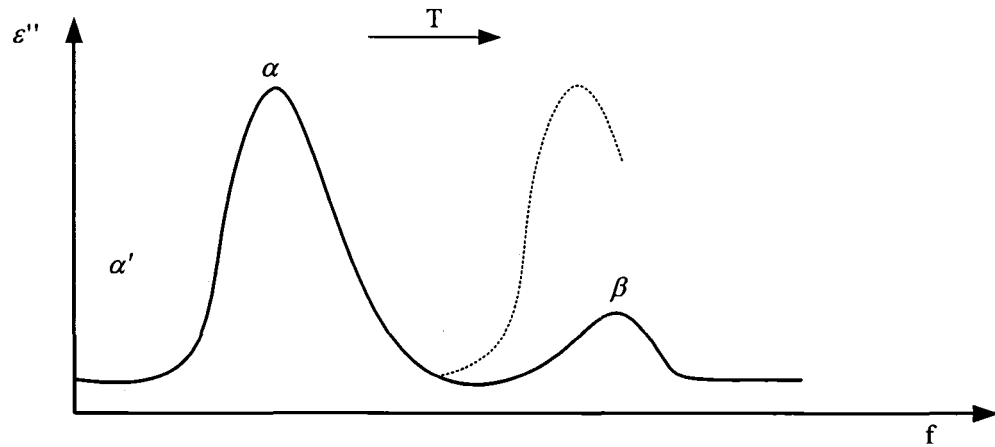


Figure 25 Variation des pertes diélectriques en fonction de la fréquence pour un polymère amorphe

Pour un polymère amorphe [66], tel qu'illustré à la figure 25, $\varepsilon''(\omega)$ présente essentiellement deux pics de pertes diélectriques. Le plus important est associé à la transition vitreuse et est appelé dispersion α qui intervient dans la gamme des basses fréquences, entre quelques hertz et quelques kilohertz. L'autre, s'appelle β et correspond à la polarisation de petits segments de chaîne et se manifeste dans une gamme élevée de fréquences.

Dans le domaine fréquentielle, la conductivité est incluse dans la permittivité complexe, équation (3.53), car les pertes diélectriques correspondant aux phénomènes de relaxation ne peuvent pas être distinguées de la contribution de la conduction directe.

On peut donc écrire :

$$\hat{\varepsilon}(\omega) = \varepsilon'(\omega) - i \left[\varepsilon''(\omega) + \frac{\sigma}{\omega \varepsilon_0} \right] \quad (4.5)$$

4.4 Étude expérimentale

Afin d'étudier l'utilisation de la mesure diélectrique comme méthode d'essai non destructif pour caractériser les composites à matrice polymérique renforcés par des particules, des échantillons ont été fabriquées à partir d'une matrice d'époxy. Des particules de carbure de silicium et d'alumine de différents pourcentages volumiques et de différentes tailles ont été ajoutées comme renfort.

4.4.1 Procédure de fabrication

La procédure de fabrication des échantillons d'époxy avec des particules de carbure de silicium (SiC) ou d'alumine (Al_2O_3) est la suivante [52]:

- Préchauffer le four à 45°C
- Appliquer l'agent démoulant dans le moule (Formula 5)
- Assembler le moule et boucher les trous de vis avec de la gommette
- Mettre le moule dans le four
- Faire le mélange d'époxy (Mia-poxy 95) suivant dans un verre :
 - 50 grammes de résine
 - 12 grammes de durcisseur
- Mélanger à l'aide d'une tige de verre
- Mettre le mélange dans le four :
 - 8 minutes
 - 45°C
 - Vide de 30 psig
- Sortir le mélange et rajouter la quantité de particules nécessaires (préalablement pesée)
- Mélanger avec la tige de verre
- Mettre le mélange dans le four :

- 8 minutes
 - 45°C
 - Vide de 30 psig
- Sortir le mélange et mélanger encore avec la tige de verre
- Sortir le moule
- Mettre le mélange dans le moule à l'aide d'une seringue afin d'éviter les bulles d'air d'air
- Mettre le moule dans le four :
 - 60 minutes
 - 45°C
 - Vide de 20 psig (ne pas dépasser et garder stable)
- Sortir le moule et démouler les échantillons
- Effectuer la réticulation (cure) des échantillons dans le four :
 - 6 heures
 - 65°C

4.4.2 Types d'échantillon obtenus

Le tableau suivant résume les échantillons de composite avec matrice polymérique et particules de renfort et sur lesquels on a appliqué nos mesures temporelles et fréquentielles.

Tableau VI

Échantillons composites avec matrice polymérique et particules fabriquées

Échantillons composites avec matrice polymérique et particules								
Matrice	Particules	Grosueur	Pourcentage volumique de particules					
Époxy	pur	-	-	-	-	-	-	-
Époxy	SiC	50 microns - 240 Grit	5%	10%	15%	20%	25%	40%
Époxy	SiC	30 microns - 320 Grit	5%	10%	15%	20%	25%	40%
Époxy	SiC	22 microns - 400 Grit	5%	10%	15%	20%	25%	40%
Époxy	SiC	9 microns - 1000 Grit	5%	10%	15%	20%	25%	40%
Époxy	Alumine	50 microns - 240 Grit	5%	10%	15%	20%	25%	40%
Époxy	Alumine	22 microns - 400 Grit	5%	10%	15%	20%	25%	40%
Époxy	Alumine	9 microns - 1000 Grit	5%	10%	15%	20%	25%	40%
Total :			43 échantillons					

À partir de 20% volumique de particules dans la matrice, on constate l'existence de porosités dans le matériau (voir la figure 27, e et f), car à partir de ce seuil le mélange résine particule commence à être visqueux, ce qui rend difficile l'élimination des bulles d'air.

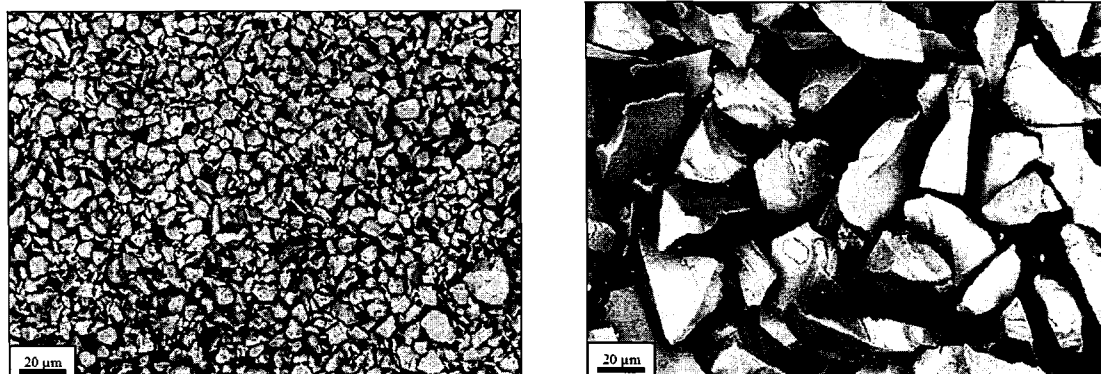


Figure 26 a) Poudre Alumine [9µm] b) Poudre Alumine [50µm]

La figure 26 (e et f) est une photographie prise à l'aide d'un microscope optique montrant l'absence de porosité pour un échantillon de 10% volumique de SiC. Les autres photographies (a et b et c et d) sont des alumines de 1000 grit, montrant l'inexistence des porosités.

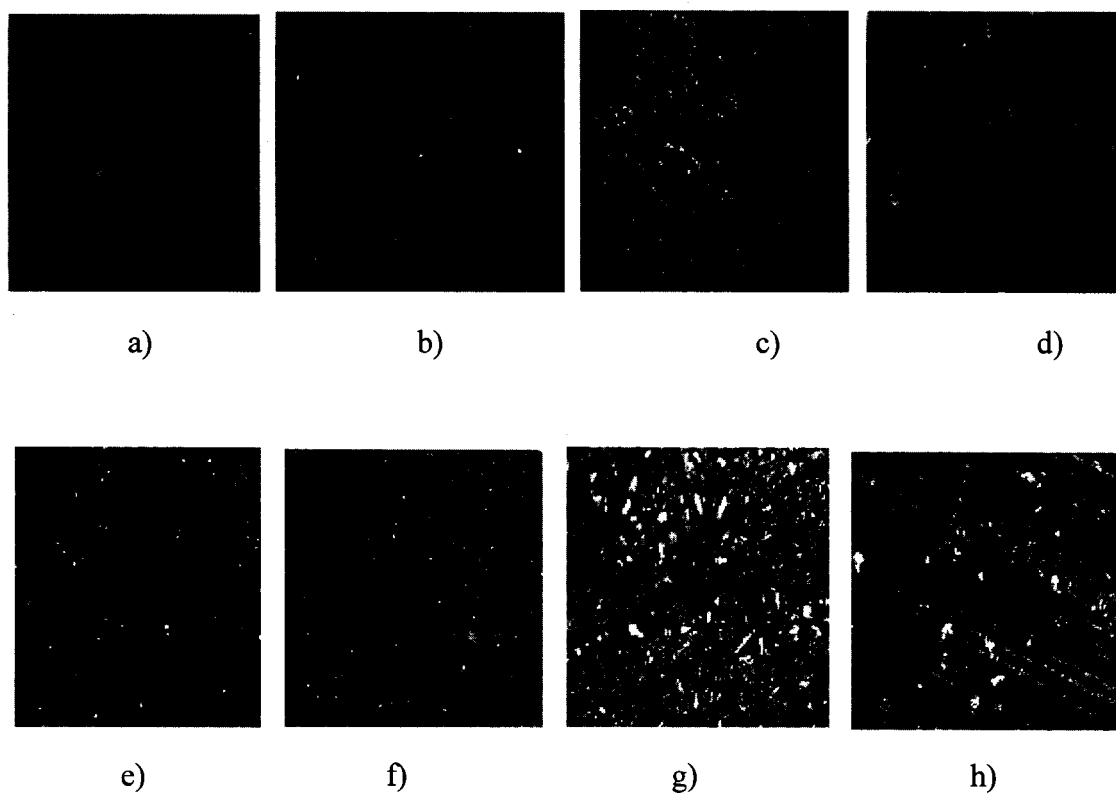


Figure 27 Micrographie optique d'une composite typique

- | | |
|-------------------------------------|-----------------------------------|
| a) Alumine-1000 Grit_40%vol_500X , | b) Alumine-1000 Grit_40%vol_50X |
| c) Alumine-1000_20%vol_50X, | d) Alumine-1000_20%vol_500X |
| e) SiC-240 Grit_40%vol_10X, | f) SiC-240 Grit_40%vol_10X |
| g) Époxy +SiC-320 Grit_11%vol_100X, | h) Époxy +SiC-320Grit_11%vol_100X |

4.4.3 Dimensions et mode d'emploi des échantillons

Afin d'éviter les capacités parasites au moment de mesures des caractéristiques diélectriques, les échantillons ont été réalisés conformément aux normes de la ASTM [53, 54].

Les électrodes ont été évidemment incorporées dans tous les échantillons fabriqués avec une électrode de mesure gardée par une électrode externe (mise à la masse). Cette dernière permet de diminuer d'une part l'influence de la capacité parasite au niveau des bords et d'autre part d'exclure l'influence des courants de fuite.

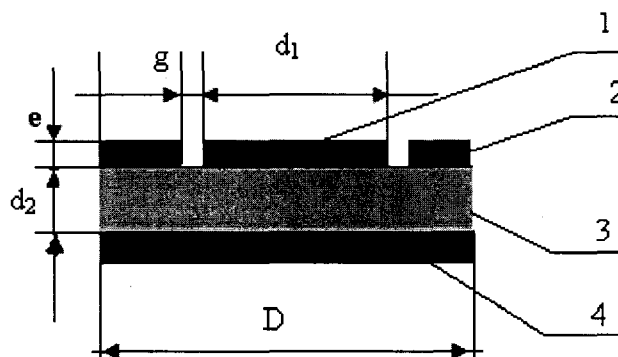


Figure 28 Dimension de l'échantillon avec les électrodes :

- 1- électrode de mesure, 2- anneau de garde,
- 3- échantillon, 4- électrode sous tension;
- D: diamètre de l'échantillon, d_1 : diamètre de l'électrode de mesure,
- d_2 : hauteur de l'échantillon de mesure, e : épaisseur de l'électrode,
- g : intervalle entre l'électrode de mesure et l'électrode de protection.

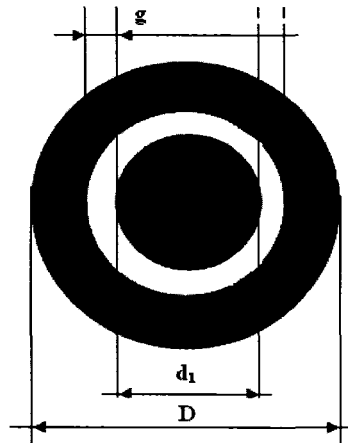


Figure 29 Géométrie des échantillons

La permittivité complexe (équation 4.3) des échantillons a été déterminée, à partir des mesures expérimentales sur les échantillons des composites étudiés en utilisant l'équation suivante.

$$\hat{\varepsilon} = \frac{C^*}{C_0} \quad (4.6)$$

où C^* est la capacité complexe de l'échantillon tel que mesurée et C_0 est la capacité sous vide calculée selon la relation suivante:

$$C_0 = \varepsilon_0 \cdot \frac{(A)}{d_2} \quad (4.7)$$

$$A = \frac{\pi}{4} \cdot (d_1 + B \cdot g)^2$$

Pour tous les échantillons étudiés, l'épaisseur de l'électrode est très petite donc la valeur de B peut se déterminer par [53, 54, 75] :

$$B = 1 - \left[2,932 \cdot \frac{d_2}{g} \cdot \log \cosh \left[0,7854 \cdot \frac{g}{d_2} \right] \right]$$

Les échantillons fabriqués sont des disques de 31 mm de diamètre et 4 mm d'épaisseur (figure 30 - a). Des électrodes en film de cuivre sous forme de disque avec un anneau de garde ont été fixées à l'aide d'une colle conductrice sur les deux faces des échantillons après le nettoyage des deux surfaces. Ces électrodes permettent la transmission du signal sur toute la surface de l'échantillon (figure 30 - b). L'anneau de garde sert à éliminer le signal qui contournerait l'échantillon le long des surfaces. Les dimensions des échantillons sont indiquées dans les tableaux suivants :

Tableau VII

Dimension des échantillons

paramètres	Dimension (en mm)
D	31
d ₁	≅ 25
d ₂	4
g	1
e	≅ 0,001

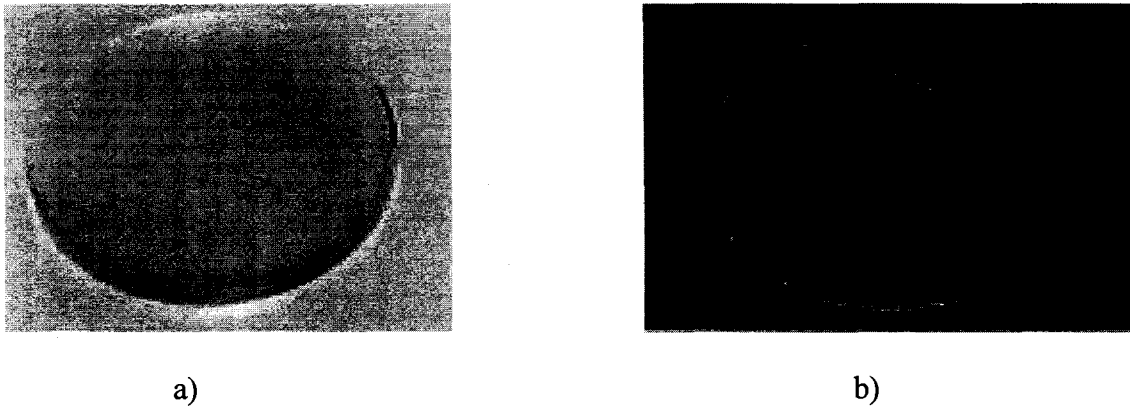


Figure 30 a) Dimension de l'échantillon, b) électrode en cuivre avec l'échantillon

Les anneaux de garde en cuivre sont soudés à un fil conducteur de faible section qui sera fixé à la masse pour éliminer le contournement et la capacité parasite (figure 31).

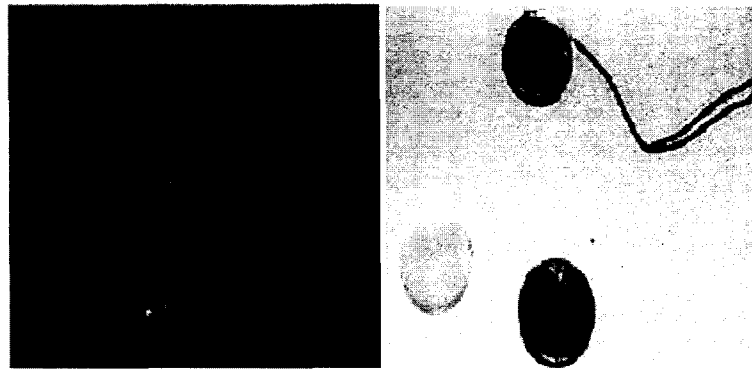
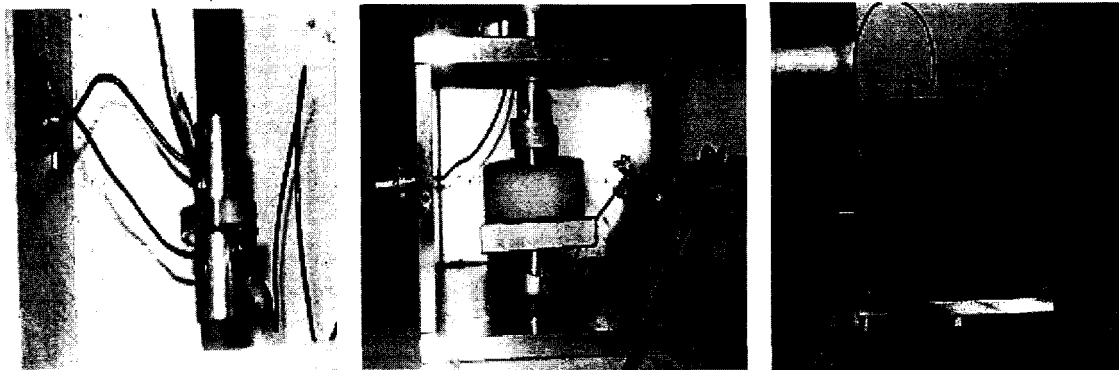


Figure 31 Fixation du conducteur à l'électrode en cuivre avec l'échantillon

Ces échantillons sont fixés dans une boîte conductrice (en aluminium) permettant de faire les tests diélectriques conformément à la norme ASTM D150 [53, 54] (figure 32-a et b).



a)

b)

c)

Figure 32

a) Fixation de l'échantillon dans la boîte,

b) boîte conductrice d'aluminium Pour les mesures des poudres

c) boîte conductrice d'aluminium pour les mesures FDS.

Des mesures sur des poudres compactées de particules de carbure de silicium ont permis de déterminer la permittivité complexe des particules de renfort.

4.5 Étude de la permittivité théorique pour les matériaux composites

Les mesures expérimentales sur les poudres des matériaux composites étudiés nous permettent de déterminer les paramètres suivants C' , C'' et $\text{tg} \delta$ (voir format des mesures FDS en annexe 3). La fraction de particules dans un échantillon de poudre compactée est donnée par :

$$qV_{\text{tot}} = \frac{m_p}{\rho_p} \quad (4.8)$$

avec V_{tot} : est le volume total

m_p : est la masse de la poudre

ρ_p : est la masse volumique de la poudre

Les masses volumiques du SiC et de l'alumine (Al_2O_3) sont :

$$- \rho_{SiC} = 3.2 \text{ g/cm}^3$$

$$- \rho_{Al_2O_3} = 3.97 \text{ g/cm}^3$$

La permittivité complexe des particules peut être déterminée en presumant que pour le mélange air-poudre, on peut utiliser la loi des mélanges (modèle de condensateurs en parallèle) donnée par :

$$\hat{\epsilon}_{\text{poudre}} = q \cdot \hat{\epsilon}_1 + (1 - q) \quad (4.9)$$

$$\epsilon'_1 = \left(\frac{\epsilon'_{\text{poudre}}}{q} \right) - \left(\frac{1 - q}{q} \right) \quad (4.10)$$

$$\epsilon''_1 = \frac{\epsilon''_{\text{poudre}}}{q} \quad (4.11)$$

La permittivité de l'air est égale à l'unité, tandis que $\hat{\epsilon}_1$ est la permittivité des particules et $\hat{\epsilon}_{\text{poudre}}$ est la permittivité de la poudre compactée.

Tableau VIII

Paramètres expérimentales des poudres de SiC

	SiC_240 grit	SiC_320 grit	SiC_400 grit	SiC_1000 grit
C_0 (F)	$1,71 \cdot 10^{-12}$	$1,28 \cdot 10^{-12}$	$1,3 \cdot 10^{-12}$	$1,14 \cdot 10^{-12}$
q_{SiC_p}	0,61	0,46	0,47	0,40

La permittivité complexe des poudres compactée est déterminée par la relation suivante :

$$\hat{\varepsilon}_{\text{poudre}} = \frac{C' - C_{\text{edge}}}{C_0} - i \frac{C''}{C_0} \quad (4.12)$$

où $C_{\text{edge}} = 1,5 \cdot 10^{-12}$ F pour toute les particules de carbure de silicium. Ce terme est la capacité due aux effets de bord et il a été calculé suivant les formules de la norme ASTM. Il est à noter que la présence de l'anneau de garde pour les échantillons de composite permet d'éliminer cette contribution. Par contre pour les échantillons de poudre le porte échantillon n'était pas muni d'anneaux de garde. C' et C'' sont les valeurs des capacités réelles et imaginaires déterminées à partir des mesures fréquentielles sur les poudres.

À partir des paramètres déterminés dans le tableau et de la permittivité complexe des poudres, on peut déterminer la permittivité des particules par les équations de la page précédente.

4.5.1 Limites de Wiener

Dans la littérature, il existe plusieurs modèles empiriques basés sur la loi de puissance pour le calcul de la permittivité d'un composite. Pour le cas d'un mélange à deux constituants, les résultats expérimentaux basés sur un exposant β permettent de définir l'équation suivante

$$\hat{\varepsilon}_c^\beta = q \hat{\varepsilon}_1^\beta + (1 - q) \hat{\varepsilon}_2^\beta \quad (4.13)$$

On constate que pour $\beta = -1$ et $\beta = 1$ l'équation (4.13) se ramène aux limites de Wiener de la loi des mélanges, c'est-à-dire aux cas extrême pour lesquels on considère

les deux matériaux comme en parallèle (limite maximale) et en série (limite minimale) respectivement.

Les limites de Wiener seront déterminées par les deux relations (4.14) et (4.15) suivantes :

$$\hat{\varepsilon}_{max} = q \cdot \hat{\varepsilon}_1 + (1 - q) \hat{\varepsilon}_2 \quad (4.14)$$

$$\hat{\varepsilon}_{min} = \frac{\hat{\varepsilon}_1 \cdot \hat{\varepsilon}_2}{q \cdot \varepsilon_1 + (1 - q) \varepsilon_1} \quad (4.15)$$

où $\hat{\varepsilon}_1$, $\hat{\varepsilon}_2$ et q sont respectivement les permittivités complexes des particules, de la matrice et la fraction volumique.

Les figures 80, 81 et 82 au chapitre 7 illustre les limites de Wiener pour un composite époxy-SiC avec $q = 0,25$

4.5.2 Modèle de Maxwell Wagner - Sillars

Tel que mentionné dans le paragraphe (3.3.3), la mesure de la réponse diélectrique d'un composite se complique à cause de la contribution possible de la polarisation interfaciale. Cette réponse pour le cas d'un système hétérogène à deux phases présente un mécanisme de relaxation particulier appelé polarisation de Maxwell-Wagner-Sillars (MWS).

Cette polarisation est due à la différence de conductivité et de permittivité des deux phases. Cette différence crée une accumulation de charges aux interfaces entre les deux phases (plus conductrice et moins conductrice). Dans le cas simple de la superposition

de deux matériaux différents, illustré à la figure 10 page 35 de la section 3.3.3, la permittivité complexe peut s'exprimer par la loi des mélanges [49]

$$\hat{\varepsilon}_c = \frac{\hat{\varepsilon}_1 \hat{\varepsilon}_2}{q \hat{\varepsilon}_1 + (1 - q) \hat{\varepsilon}_2} \quad (4.16)$$

où $\hat{\varepsilon}_c$ est la permittivité complexe du composite, q est la fraction volumique des particules de renfort, $\hat{\varepsilon}_1$ et $\hat{\varepsilon}_2$ sont les permittivités complexes des particules de renforts et de la matrice.

Dans le cas plus réaliste de particules incluses dans la matrice, la relation générale suivante (4.17) permet de relier la permittivité du composite à celle des matériaux constituants [50].

$$\hat{\varepsilon}_c = \frac{\hat{\varepsilon}_1 (\eta \cdot \hat{\varepsilon}_2 + (1 - \eta) \hat{\varepsilon}_1) + q \cdot (1 - \eta) \cdot (\hat{\varepsilon}_2 - \hat{\varepsilon}_1)}{[\eta \cdot \hat{\varepsilon}_2 + (1 - \eta) \hat{\varepsilon}_1] - \eta \cdot q \cdot (\hat{\varepsilon}_2 - \hat{\varepsilon}_1)} \quad (4.17)$$

η s'appelle le facteur de forme et est relié à la forme des particules. L'équation (4.16) est un cas particulier de l'équation ci-dessus lorsque le facteur de forme est égal à l'unité ($\eta = 1$).

Un autre cas particulier intéressant est celui pour lequel on considère les particules comme sphérique. Ce modèle a été créé pour modéliser les composites dont la concentration (q) est faible. L'équation (4.17) se ramène au modèle de Maxwell-Garnet ou de Wagner-Sillars pour ce cas où $\eta = \frac{1}{3}$.

On obtient donc [49] :

$$\hat{\varepsilon}_c = \hat{\varepsilon}_1 \frac{2\hat{\varepsilon}_1 + \hat{\varepsilon}_2 + 2q \cdot (\hat{\varepsilon}_2 - \hat{\varepsilon}_1)}{2\hat{\varepsilon}_1 + \hat{\varepsilon}_2 - q \cdot (\hat{\varepsilon}_2 - \hat{\varepsilon}_1)} \quad (4.18)$$

Généralement, ces deux dernières équations (les équations (4.17) et (4.18)) se calculent à partir de l'approximation du champ moyen et conséquemment ne sont valables que pour de faibles concentrations ($q \ll 1$).

4.5.3 Modèle de loi des puissances

Il existe plusieurs modèles empiriques basés sur la loi de puissance donnée par l'équation (4.13). Pour ces modèles la valeur de β varie entre -1 et 1. Par comparaison avec les mesures expérimentales, on peut ajuster numériquement la valeur de β pour obtenir le meilleur ajustement (meilleur «fit»).

4.5.4 Modèle de Bruggeman

Ce modèle est basé sur l'approximation du milieu effectif. La démonstration de cette équation dépasse le cadre de ce travail mais est disponible dans la littérature [50], [49].

L'équation symétrique de Bruggeman est donnée par l'équation suivante :

$$(1 - q) \frac{\hat{\varepsilon}_1 - \hat{\varepsilon}_c}{\hat{\varepsilon}_1 + 2\hat{\varepsilon}_c} + q \frac{\hat{\varepsilon}_2 - \hat{\varepsilon}_c}{\hat{\varepsilon}_2 + 2\hat{\varepsilon}_c} = 0 \quad (4.19)$$

4.5.5 Modélisation de la conductivité

Les équations (4.13) et (4.19) ont été aussi utilisées pour modéliser les conductivités des composites. En remplaçant $\hat{\epsilon}$ par $-i \cdot \frac{\sigma}{\omega \cdot \hat{\epsilon}_0}$ dans ces équations, on obtient :

$$\sigma_c^\beta = q \cdot \sigma_1^\beta + (1 - q) \cdot \sigma_2^\beta \quad (4.20)$$

$$(1 - q) \cdot \frac{\sigma_2 - \sigma_c}{\sigma_2 - 2\sigma_c} + q \cdot \frac{\sigma_1 - \sigma_c}{\sigma_1 + 2\sigma_c} = 0 \quad (4.21)$$

Il est à noter que l'équation issue du modèle de Bruggeman prévoit un comportement percolatoire contrairement à celle issue de la loi des puissances.

4.6 Conclusion

L'étude des matériaux composites dans ce chapitre nous a permis d'identifier l'importance des polymères renforcés par des particules dans le domaine de l'électrotechnique, et ce, à cause de leurs propriétés électriques exceptionnelles. L'étude de plusieurs modèles théoriques pour modéliser la permittivité complexe d'un matériau composite nous permettra par la suite d'effectuer la comparaison entre ces modèles et les résultats expérimentaux obtenus pour des échantillons contenant du carbure de silicium (SiC) ou de l'alumine (Al_2O_3).

Ce type de mesure peut être utilisé comme technique de contrôle non destructif pour les composites polymériques renforcés par des particules. En effet, les mesures de permittivité complexe sont très sensibles à la composition exacte des matériaux composites. La difficulté réside dans l'interprétation des résultats.

CHAPITRE 5

CONCEPTION DU SYSTÈME DE MESURE

5.1 Choix du logiciel, d'électromètre et de système d'acquisition

Le choix du logiciel et du système d'acquisition dépend de plusieurs critères, pour la mesure en temps réelle soit au laboratoire, soit sur site. En effet, il existe plusieurs systèmes d'acquisition et aussi plusieurs logiciels disponibles pour effectuer ce type de mesures. Conformément aux critères demandés, notre choix s'est basé sur la rapidité des mesures en temps réel, la souplesse, la puissance du logiciel et finalement la compatibilité de ce système d'acquisition avec les appareils de mesures (électromètre, multimètre, source,...).

5.2 Logiciel [43]

Conformément au cahier de charge du projet, et suivant les moyens existant aux laboratoires, la conception du logiciel a été réalisée pour faire les acquisitions de données sur terrain comme au laboratoire.

- **Matériel requis**

Les équipements informatiques nécessaires pour le bon fonctionnement du logiciel de contrôle LabVIEW développé lors de ce projet de recherche sont :

- PC: Pentium IV;
- Logiciel « measurement & automation explorer » version 3.1.1.3003;
- Logiciel d'application LabVIEW, version 7.1;

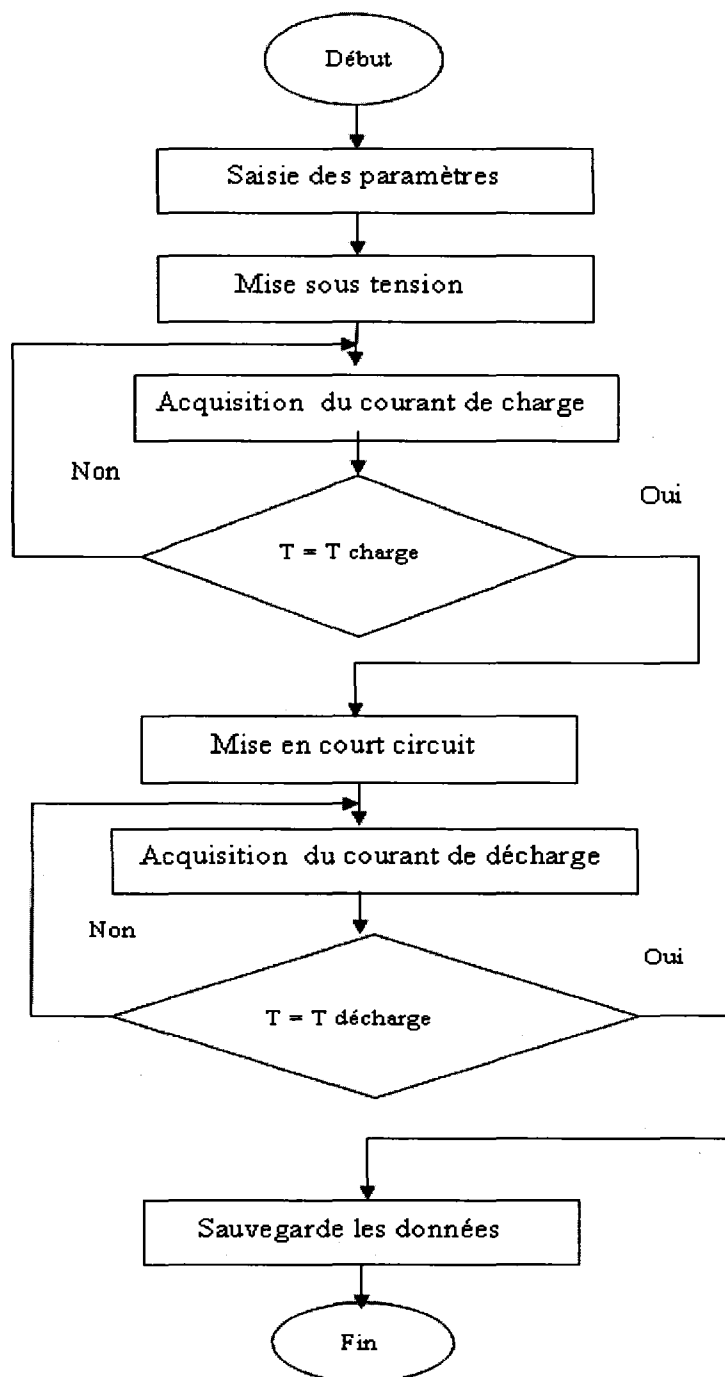
- Carte d'acquisition GPIB;
- Électromètre Keithley 6517A;
- Câble d'interfaçage.

5.2.2 Fonctionnement du logiciel LabVIEW

Le logiciel se compose de deux parties principales, l'une est l'interface utilisateurs dans laquelle, une ou tout le programme peut être exécuté en interactif, et cela à partir d'icônes représentant les tâches d'acquisitions. L'autre partie du programme, c'est le code source du VI, et cela représente le programme sous forme graphique. Ce programme est sollicité directement à partir de l'interface utilisateurs.

5.2.3 Conception et Organigramme

L'organigramme suivant décrit la conception du logiciel LabVIEW pour les mesures TDS. Il explique le fonctionnement de base des mesures TDS.



Organigramme de conception du logiciel LabVIEW

Le principe de développement du logiciel dont l'organigramme de conception est introduit ci-dessus, est expliqué dans les paragraphes suivants.

5.2.4 Page de démarrage

La page de démarrage, illustrée à la figure 33, représente la face avant du logiciel et permet le démarrage du programme et l'acquisition des données. Pour commencer un essai, il est indispensable de donner l'adresse GPIB de l'instrument de mesure. Dans notre cas, il s'agit du Keithley 6517A avec une adresse 27. Pour sauvegarder les données ainsi obtenues, le type de l'essai, la date, l'heure, le type d'échantillon et la capacité devront être saisis. Le programme s'exécute dès que l'on appui sur le bouton « démarrer un essai ».

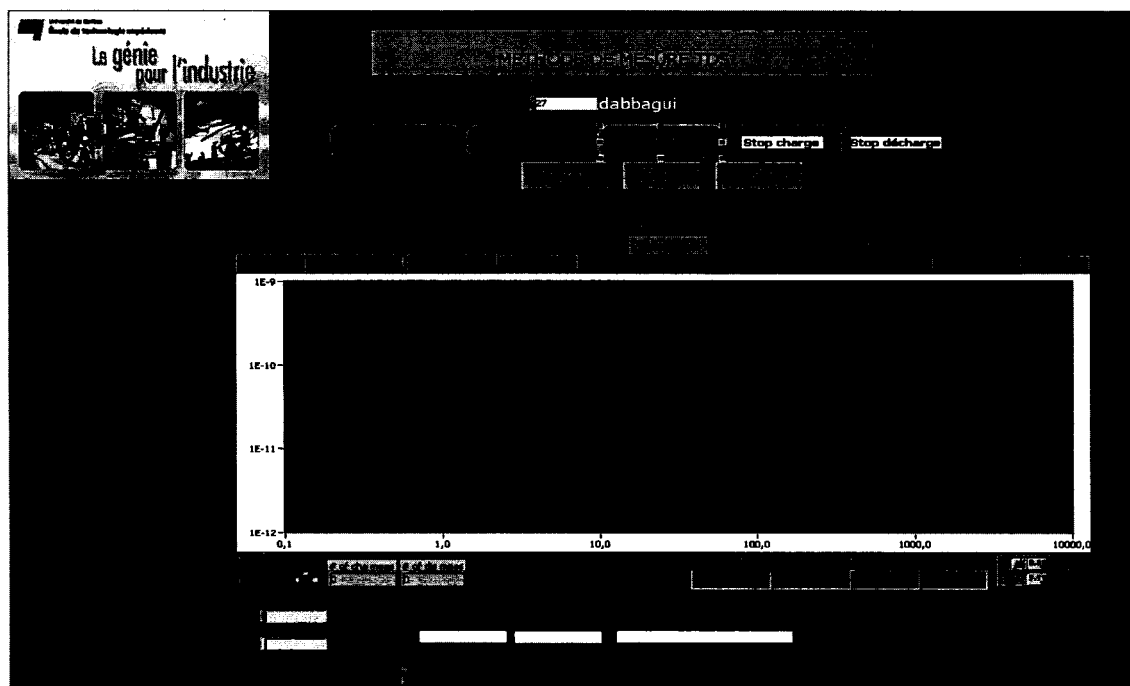


Figure 33 Face avant de logiciel de mesure TDS

5.2.5 Page des variables globales

Cette page permet d'entrer les caractéristiques de l'essai à exécuter (figure 34). En effet, les cases blanches peuvent être remplies ou modifiées suivant le type et le besoin de l'essai. Seulement le « temps de charge » pour l'acquisition de courant de charge (voir équation (3.50)) et la « tension » affecteront l'essai, les autres caractéristiques seront sauvegardées dans le fichier des données «x.ite», mais n'affecteront pas l'essai. On a choisi un temps de décharge égale à la moitié de celui de charge et l'acquisition du courant de décharge (voir équation (3.52)) se fait automatiquement à la fin de la période de charge.

Temps de charge (s)	Identification	Date de l'essai (jj/mm/aa)
2000		
Tension (v)	Tension nominale (KV)	Nom de l'utilisateur
1000	0,0	
Capacité (nF)	Puissance nominale MVA	Type d'essai
0,0	0,0	
Résistance en série (KOhms)	Type d'isolation	Marque d'origine
0,00	Phase	
Fichier	Température ambiante (C)	Commentaire
	0,0	
	Taux d'humidité (%)	
	0,0	

Figure 34 Paramètres de l'essai

5.2.6 Code source

Cette section contient l'initialisation de tous les paramètres de l'essai. En effet, le temps de charge, le temps de décharge, le courant de charge, le courant de décharge, la tension d'alimentation et les paramètres graphiques s'initialisent à chaque nouvel essai (figure 1 en annexe 1). Les paramètres globaux sont programmés et leurs initialisations se fait à partir de la page de démarrage. Ces paramètres sont la tension d'alimentation en cas d'un seul échelon et le temps de charge en seconde (figure 2 en annexe 1). L'acquisition se fait suivant une progression géométrique (suivant une loi de suite géométrique).

5.2.7 Mise sous tension

La fenêtre illustrée à la figure 35 représente le programme indiquant à l'utilisateur que l'échantillon est sous tension.

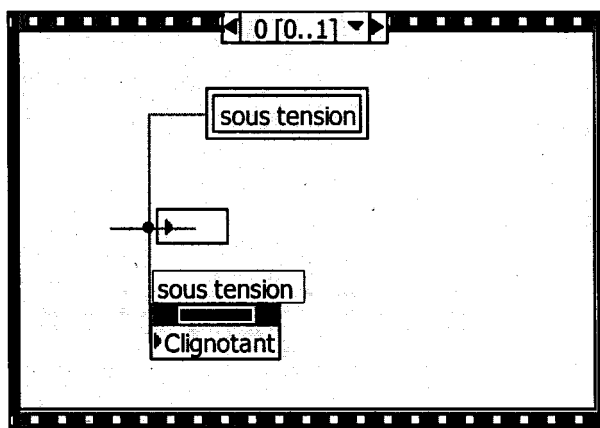


Figure 35 Indicateur de tension

5.2.8 Ordre de mise sous tension

Cette section comprend le programme et les fonctions de communication avec l'électromètre «Keithley 6517A». La commande initiale envoyée à l'électromètre est celle de la mise sous tension.

En effet, les commandes suivantes sont transmises à l'électromètre afin de le mettre sous tension :

- : sour:volt:range 1000; (l'appareil applique un échelon de 1000 V aux bornes de l'échantillon)
- : sour:volt (la source fonctionne en générateur de tension)
- : outp:stat on (la sortie de l'électromètre est prêt a envoyer les donnees)
- curr:rang:auto on (l'ampèremètre se place en mode echelle automatique et se met en marche)
- syst:zch off (l'appareil est prêt à mesurer)

5.2.9 Cycle de charge

Cette section décrit (voir figure 6 en annexe 1) le programme de début d'acquisition du courant de charge. Les valeurs acquisitionnées du courant sont sauvegardées dans la mémoire de l'électromètre et transmises par la suite à partir de l'interface «GPIB» à notre système d'acquisition et seront affichées en temps réel sur notre graphe dans la page de démarrage.

En cas d'existence d'une erreur dans l'acquisition ou d'un défaut au niveau de l'électromètre, le programme va nous indiquer «*Une erreur s'est produite en lisant le 6517A*». La variation de l'échelle (voir figure 7 de l'annexe 1) suivant l'ordre de grandeurs des courants obtenus se fait automatiquement. En fait, la valeur du courant mesuré s'affiche automatiquement sur l'affichage de l'électromètre, et est transmise périodiquement au logiciel et affichée sur un graphique (20 valeurs par décade).

Les filtres utilisés ont pour rôle de traiter les données obtenues et éliminent les bruits existants.

Les commandes suivantes permettant le changement du niveau de filtrage de l'électromètre sont les suivantes :

- : curr:dc:aver:count 4
- : curr:dc:aver:count 8
- : curr:dc:aver:count 16
- : curr:dc:aver:count 32

5.2.10 Cycle de décharge

Le cycle de décharge consiste en l'acquisition du courant de décharge après que l'échantillon ait été mis en court-circuit par la source (figure 8 en annexe 1).

L'acquisition des valeurs de décharge, les changements d'échelle de décharge, le filtrage des bruits se fait de la même façon que pour le courant de charge.

5.2.11 Sauvegarde des données

Pour comparer les résultats des mesures «TDS» obtenue par le logiciel LabVIEW entre eux ainsi qu'avec des mesures fréquentielles «FDS» on doit faire appel à un autre logiciel d'analyse de données [en visuel basic «VB»]. Les données numériques de l'essai ainsi que les informations contenues dans la fenêtre « des variables globales » doivent être sauvegardées à la fin de l'essai dans un fichier «.ite» dont le format sont celui lu par le logiciel d'analyse de données. Le nom des fichiers est choisi par l'utilisateur à la fin de l'essai.

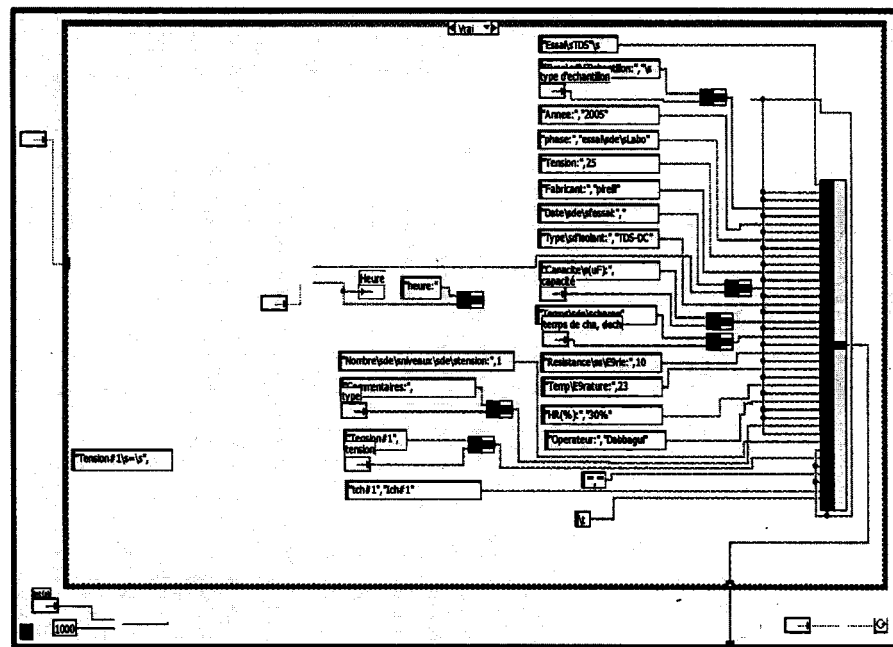


Figure 36 **Format d'enregistrement des données**

Un exemple de ce type de fichier de sauvegarde des données (fichier ASCII) est donné en annexe.

La fenêtre de code source du VI du programme global de logiciel du mesure et de traitement des données se trouve en annexe (voir figure 13 en annexe 1)

5.3 Électromètre Keithley 6517A

L'électromètre Keithley 6517A est un générateur de tension en courant continu et en même temps est un appareil de mesure à Courant Continu de haute résolution. Il peut être employé pour toutes les mesures électriques de base telles que la tension, le courant, la résistance et la charge en utilisant comme source de tension soit sa propre source interne, soit une source externe lorsque l'on désire des tensions dépassant 1000V. Ses caractéristiques et performances d'entrée ainsi que sa haute sensibilité aux faibles valeurs de mesures (allant jusqu'au pico-ampère) lui donne un net avantage par rapport aux autres appareils de mesures numériques classiques dans les mesures de tension, de courant, de résistance et de charges. L'électromètre Keithley model 6517A offre une grande précision et une haute sensibilité aux mesures et se caractérise par :

- Impédance d'entrée de $200T\Omega$
- Source de tension de $\pm 1kV$
- gammes des courants mesurés de $1pA - 20mA$
- gammes des tensions mesurés de $-1000V$ et $1000V$
- gammes des résistances mesurées de plus de $10^{16}\Omega$
- gammes des charges mesurés de $10fC$ à $2\mu C$
- possibilité de mesurer d'autres paramètres physiques tel que, températures, humidités,...
- vitesse de mesure de 125 lecture/s

Il peut être également commandé par l'intermédiaire d'une interface IEEE-488 (GPIB) et intégré par un système de commande tel qu'un ordinateur. La figure 37 montre la face avant de l'électromètre 6517A qui est utilisé comme générateur et appareil de mesure lors de nos mesures temporelle dans le cadre de notre présente mémoire.

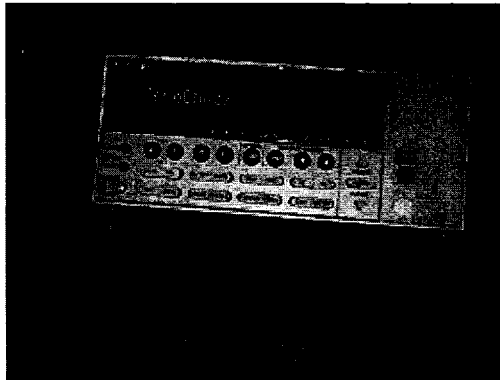


Figure 37 L'électromètre Keithley 6517A

Le principe de fonctionnement du l'électromètre par le mode mesure de tension et mesure de courant ainsi que quelques modes d'affichage sont mentionnés dans les paragraphes suivants.

5.3.1 Mesure de tension

Le montage de la figure 38, montre le principe de mesure de tension par l'électromètre 6517A [59].

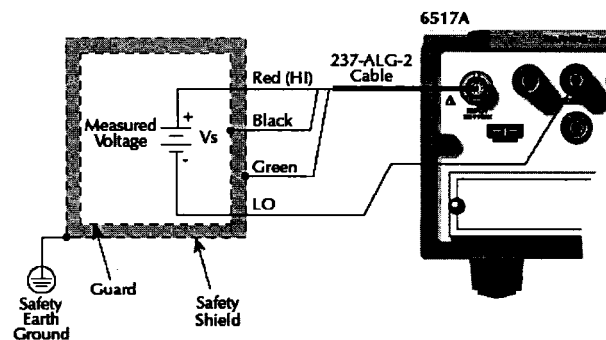


Figure 38 Mesure de tension par l'électromètre

5.3.2 Mesure de courant

La figure 39 décrit le montage de mesure de courant par l'électromètre 6517A [59].

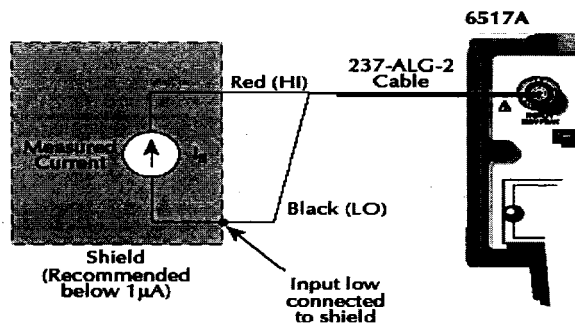


Figure 39 Mesure de courant par l'électromètre

5.4 Système d'Interfaçage

Depuis 1984, date à laquelle IBM a choisi National Instruments comme fournisseur exclusif de sa technologie d'interface GPIB pour le PC IBM, le jeu de fonctions du driver de carte NI-488 est devenu le standard industriel de programmation d'instrumentation GPIB. À l'heure actuelle, l'API (interface de programmation d'application) NI-488.2 est reconnue dans l'industrie toute entière pour sa facilité d'adaptation à toute une variété d'applications et de systèmes d'exploitation [60].

Les caractéristiques principales du protocole de communication GPIB sont les suivantes:

- performances et fiabilité
- facilité d'installation et de configuration
- drivers pilote d'instruments
- vaste choix de logiciels de développement
- support client international

LabVIEW est le premier logiciel de développement d'applications et de tests de l'industrie. Son langage de programmation graphique tout à fait révolutionnaire favorise la réussite des solutions proposées.

5.4.1 Gamme de produits GPIB

Les interfaces IEEE 488 disponibles pour chaque système d'exploitation Windows 2000/ NT/ 9x/ 3.13 sont énumérés dans le tableau 9 [60]. Le système développé dans le cadre de ce travail utilise une carte PCMCIA-GPIB.

Tableau IX
Les interfaces de la carte GPIB

Modèle	Bus	Plug&Play	TNT488 2C	Vitesse 488.1 max.	Vitesse HS488 max.
PCI-GPIB, PCI-GPIB+	PCI	Oui	Oui	1,5Moctets/s	7,7 Moctets/s
PCMCIA-GPIB PCMCIA-GPIB+	PC Card	Oui	Oui	1,5Moctets/s	2,3 Moctets/s
GPIB-1394	IEEE 1394	Oui	Oui	1,5 Moctets/s	4,0 Moctets/s
GPIB-USB	USB	Oui	Oui	340 Koctets/s	N/A
GPIB-232CT-A	Port série PC	N/A	Non	Dépend de la vitesse en baud	N/A
GPIB-1284CT	Port parallèle PC	N/A	Oui	300 Koctets/s (EPP)	N/A
GPIB-ENET	PC Ethernet	N/A	Non	50 Koctets/s	N/A

5.5 Conclusion

Ce chapitre présente la conception du système d'acquisition de données (logiciel) du banc d'essai ainsi que de l'appareil de mesure le keithley 6517A. Cet appareil répond à tous les besoins demandés et les spécifications requises au niveau de la précision. En effet, des essais comparatifs ont été réalisés par un autre logiciel en Visual Basic [67] et les résultats obtenus par l'application LabVIEW se sont avérés supérieurs aux niveaux de :

- La rapidité de la mesure, et cela dû au langage compilé de LabVIEW
- L'interface avec l'utilisateur plus professionnel

CHAPITRE 6

RÉSULTATS DES MESURES

6.1 Introduction

Les résultats obtenus à partir des mesures temporelles et fréquentielles sur différents systèmes d'isolations sont décrits dans ce chapitre. Des mesures effectuées sur des systèmes d'isolation utilisées en électrotechniques sont d'abord présentées. Puis des mesures effectuées sur des matériaux composites fabriquées en laboratoire sont présentées. Ces matériaux sont des composites d'époxy renforcés par des particules de carbure de silicium et d'alumine de différentes grosseurs. Ces matériaux sont décrits dans le tableau 1 du chapitre 4.

6.2 Mesure temporelle « TDS » sur les systèmes d'isolation en électrotechnique

- **Bobine de réserve**

La première mesure ayant été effectuée pour vérifier le bon fonctionnement du système décrit dans le chapitre précédent est une mesure effectuée sur une bobine d'alternateur à base de polyester. Cette mesure, illustrée à la figure 40, a pu être comparée avec une mesure semblable sur le même échantillon effectuée ailleurs [69].

Les résultats comparatifs sont illustrés aux figures 41 et 42. Ces mesures ont été effectuées par deux systèmes de mesure différents et donnent des résultats identiques.

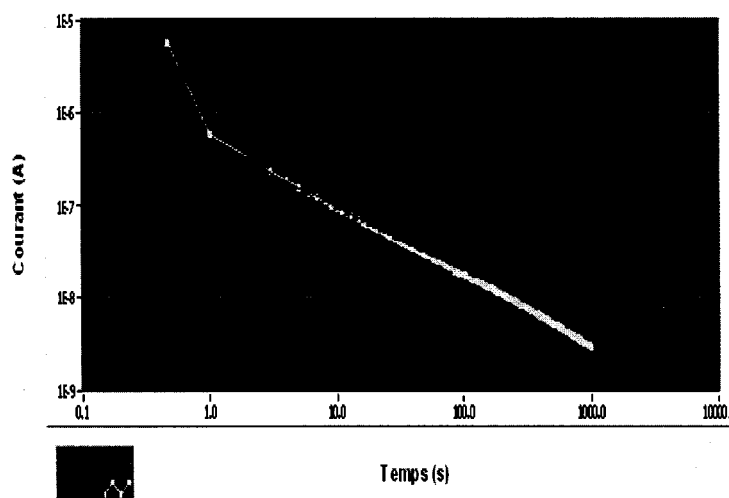


Figure 40 Mesure de courant de charge et courant de décharge (bobine d'alternateur)

Les deux figures suivantes illustrent les courbes de charges et décharges de la bobine d'alternateur à base de polyester avant et après la correction de charge. Cette correction est effectuée pour compenser le phénomène de distorsion du courant de décharge dû à un temps de charge fini. Cette problématique est discutée au chapitre 3.

Les courants de charge et de décharge peuvent être modélisés approximativement par une loi de puissance suivant les deux équations (3.49) et (3.50) respectivement. En pratique le temps de charge est limité ce qui peut perturber la forme de la courbe de décharge. Pour diminuer cet effet, il est recommandé de prendre un temps de charge plus grand que celui de décharge (deux fois plus grand dans notre cas). Malgré cette procédure, la compensation est nécessaire pour obtenir le vrai courant de décharge (figure 42).

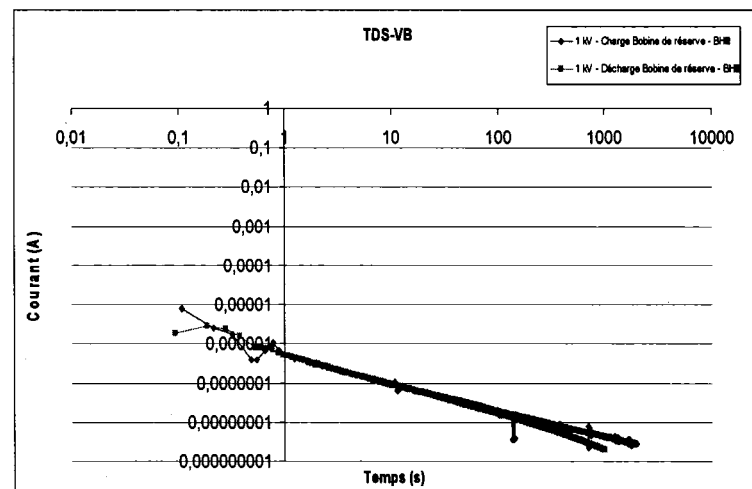


Figure 41 Courant de charge et décharge avant correction de charge (TDS-VB, bobine d'alternateur)

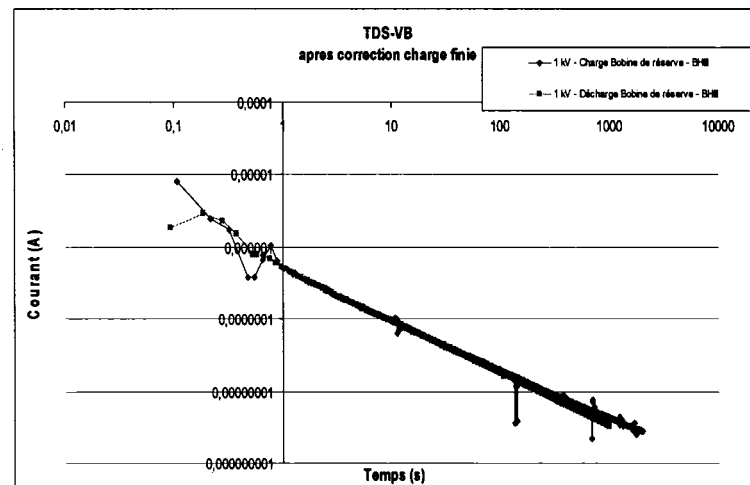


Figure 42 Courant de charge et décharge après correction de charge (TDS-VB, bobine d'alternateur)

6.2.2 Huile et papiers de transformateur

Ces deux mesures sont effectuées sur deux type d'huile de transformateur, l'une neuve et l'autre vieillie [68]. Les conditions de vieillissement de l'huile sont décrites dans [73]. La figure 43 illustre les courants de charge et de décharge. On peut constater que l'huile vieillie est plus conductrice que l'huile neuve. La conductivité provient essentiellement de la conductivité électronique. La contribution des ions peut être vue dans les courbes de charges, particulièrement celles de l'huile neuve. Cette contribution est limitée dans le temps à environ les 20 premières secondes de l'essai puisque les ions atteignent « rapidement » l'équilibre [62].

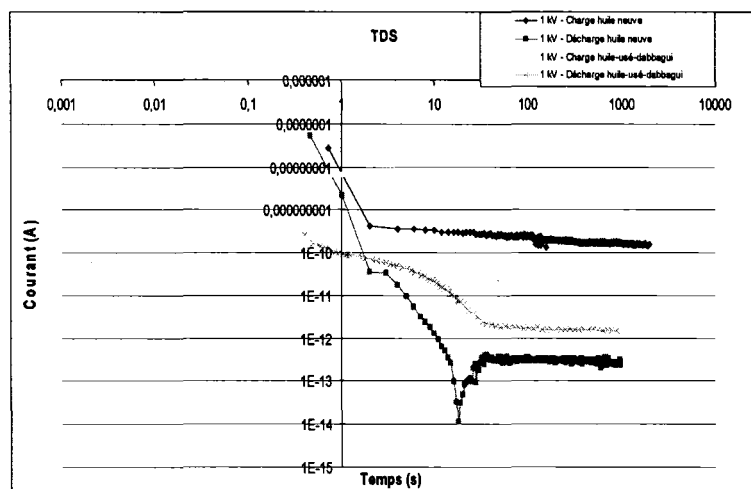


Figure 43 Mesure TDS de l'huile de transformateur

6.3 Mesure temporelle « TDS » sur les matériaux composite. Époxy – Particule de carbure de silicium (SiC)

Les mesures temporelles ont été appliquées sur les échantillons de carbure de silicium et d'alumine indiqués dans le tableau 6. Pour chaque échantillon contenant des particules de carbure de silicium, on a effectué un essai pour déterminer les courants de charge et de décharge. Un total de vingt quatre essais a été faits sur ces échantillons.

6.3.1 Courant de charge et de décharge sur les poudres

L'objectif d'effectuer des mesures sur des poudres de carbure de silicium et d'alumine pour différentes grosseurs de particules est de déterminer les permittivités complexes expérimentales des particules soit $\hat{\epsilon}_2$ dans les équations (4.6) a (4.12) dans le chapitre 4. L'application d'un échelon de tension de 1000 V et 100 V respectivement, pour un temps de charge de 2000 secondes et un temps de décharge de 1000 secondes (voir paragraphe 3.5.4.1. Méthode d'échelons de tension), nous donne les résultats des mesures illustrés dans les deux figures 44 et 45 qui montrent les courants de charges et les courants de décharge des poudres de grosseur 1000, 400, 320 et 240 Grit respectivement.

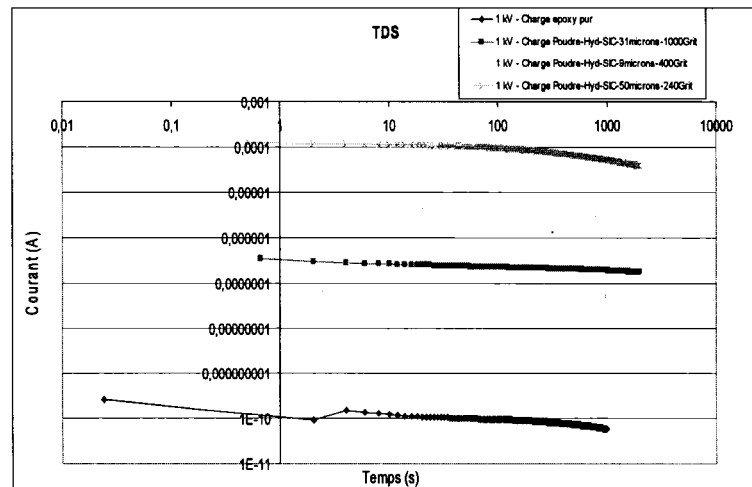


Figure 44 Mesure TDS: courants de charge sur les poudres de carbure de silicium

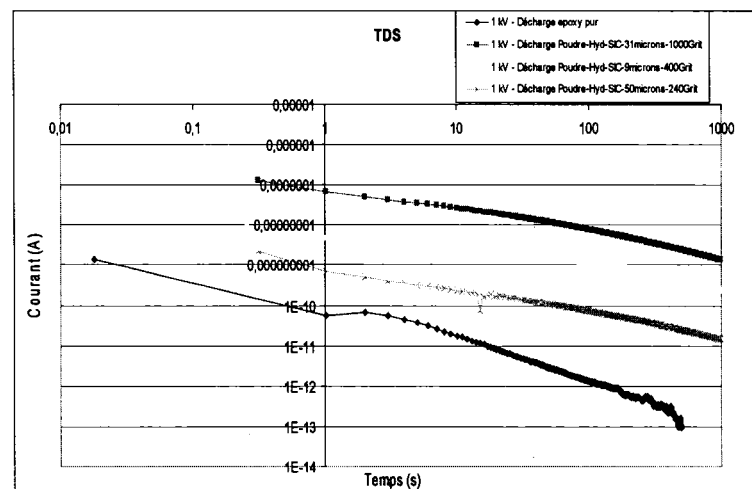


Figure 45 Mesure TDS: courants de décharge sur les poudres de carbure de silicium

Ces mesures nous permettent de constater l'influence de la grosseur des particules sur la conductivité d'une poudre compactée. En effet, dès qu'on augmente la grosseur des particules, l'échantillon de poudre devient de plus en plus conducteur. Cet effet est dû à la diminution du nombre d'interface gain - gain.

Dans le chapitre 7, les résultats de modélisation théorique sont déterminés à partir des valeurs expérimentales de la conductivité des poudres en fonction de la grosseur des particules et en fonction des pourcentages volumiques.

6.3.2 Particules de SiC de grosseur 9 microns-1000 Grit

Les figures 1 à 6 en annexe 2 illustrent les courbes de charge et de décharge (voir paragraphe 3.5.1.4°). Les courants de charge et de décharge pour les échantillons d'époxy pur et ceux contenant des particules de carbure de silicium de grosseur 9 microns et de différents pourcentages volumiques.

On constate bien que l'époxy pur est moins conducteur par rapport à l'époxy renforcé par des particules et que l'échantillon devient de plus en plus conducteur dès qu'on augmente le pourcentage volumique. Les résultats comparatifs sont illustrés à la figure 46 et à la figure 47 pour les courants de charge et les courants de décharge respectivement.

- **Courant de charge pour des particules de SiC de grosseur 9 microns – 1000 Grit et de différentes pourcentage volumique**

Le graphe suivant résume les mesures des courants de charge illustrées dans les figures 1 à 6 en annexe 3.

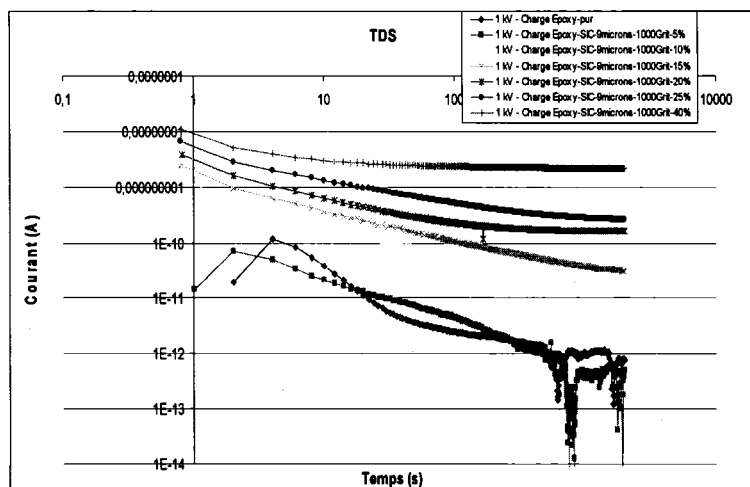


Figure 46 Comparaison des courants de charges pour le SiC de grosseur 9 microns

- **Courant de décharge pour des particules de SiC de grosseur 9 microns-1000 Grit et de différents pourcentage volumique**

Comme pour le graphique précédente, la figure 47 compare les mesures des courants de décharge obtenu pour des particules de SiC de grosseur de 9 microns (1000 Grit).

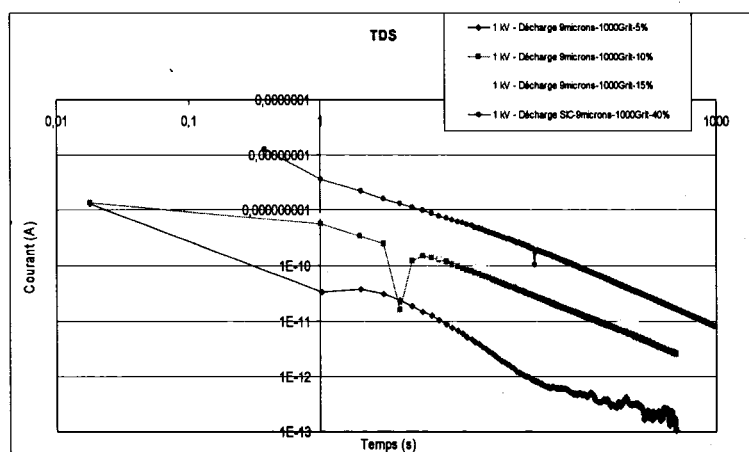


Figure 47 Comparaison des courants décharge pour le SiC de grosseur 9 microns-1000 Grit

6.3.3 Particules de SiC de grosseur de 22 microns -400 Grit

Les figures 7 à 12 en annexe 3 illustrent les courbes des courants de charge et de décharge pour les échantillons d'époxy pur et les échantillons contenant des particules de SiC de grosseur de 22 microns pour différents pourcentages volumiques. La même constatation peut être faite par rapport au cas précédent. En effet, on peut remarquer que dès qu'on augmente le pourcentage volumique, l'échantillon devient de plus en plus conducteur. Les résultats comparatifs sont illustrés à la figure 51 et à la figure 52 pour les courants de charge et les courants de décharge respectivement.

On peut également analyser quelques graphiques séparément pour bien identifier la variation des courants de polarisation de dépolarisation.

- **Époxy avec des particules de SiC de grosseur 22 microns - 400 grit à 10% volumique.**

On peut voir que le courant de décharge est à peu près de la même grandeur que celui de charge au début du temps de charge. Par contre, à partir de quatre cents secondes, le courant de charge commence à se "détacher" du courant de décharge. À partir de ce moment la conductivité de l'échantillon devient significative face au courant d'absorption.

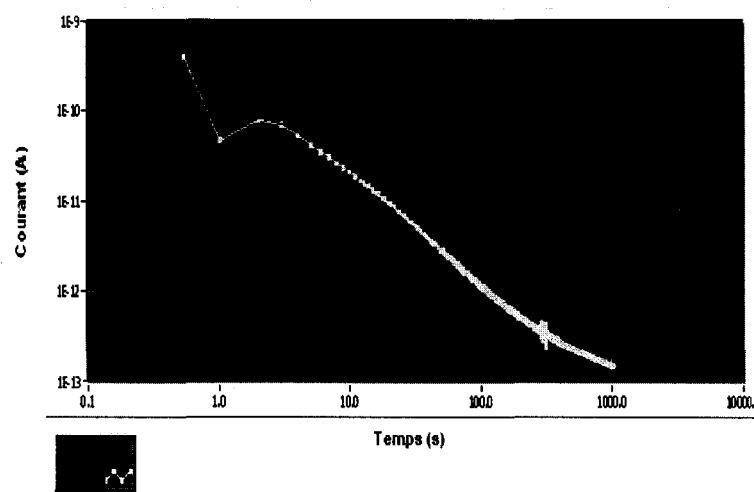


Figure 48 Mesure de courants de charge et décharge (SiC -400 grit-10%)

- **Époxy avec des particules de SiC de grosseur 22 microns-400 grit à 20% volumique.**

Pour des concentrations plus élevées, le courant de charge est significativement supérieur à celui de décharge, à cause du mécanisme de conduction par percolation.

Le saut existant sur la courbe de décharge est dû au changement d'échelle de l'électromètre. (Voir les figures de l'annexe 3).

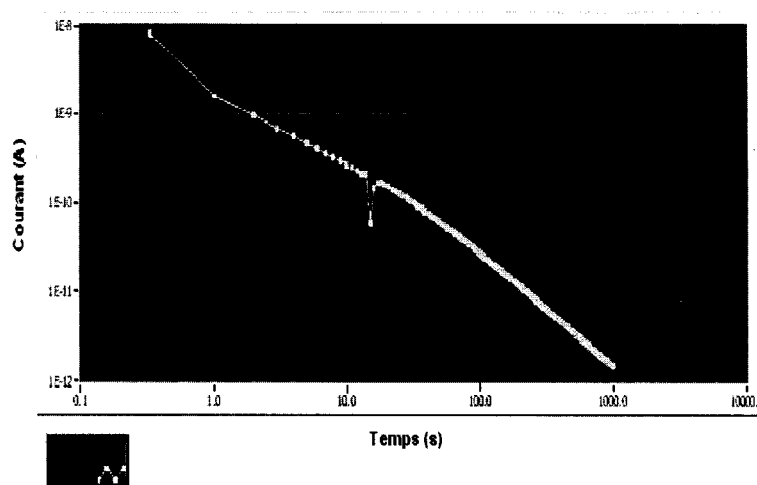


Figure 49 Mesure de courants de charge et décharge (SiC -400 grit-20%)

- **Époxy avec des particules de SiC de grosseur de 22 microns-400 grit à 25% volumique.**

L'augmentation de la concentration des particules de renfort, rend le courant de charge de plus en plus stable pour toute la durée de charge. Par contre, celui de décharge commence à être linéaire après 100 secondes de début de décharge.

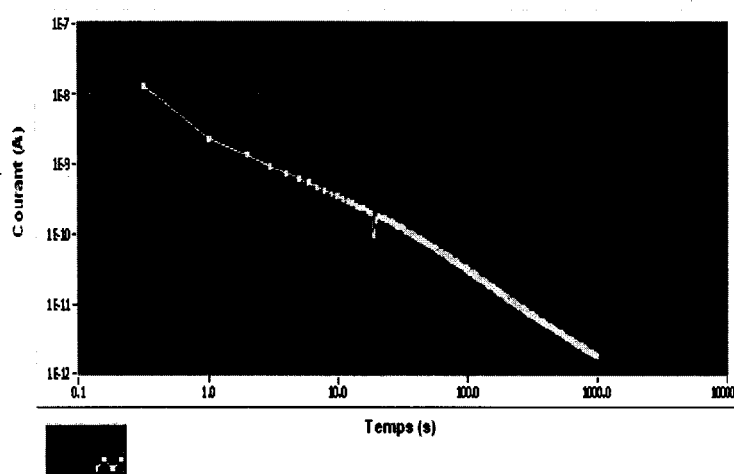


Figure 50 Mesure de courants de charge et décharge (SiC -400 grit-25%)

- **Comparaison des courants de charge pour des particules de SiC de grosseur de 22 microns - 400 grit**

On observe à la figure suivante que l'augmentation des pourcentages de renfort rend le matériau de plus en plus conducteur. De plus, si le pourcentage volumique est assez élevé, la variation du courant de charge devient de plus en plus stable au début comme à la fin du temps de charge.

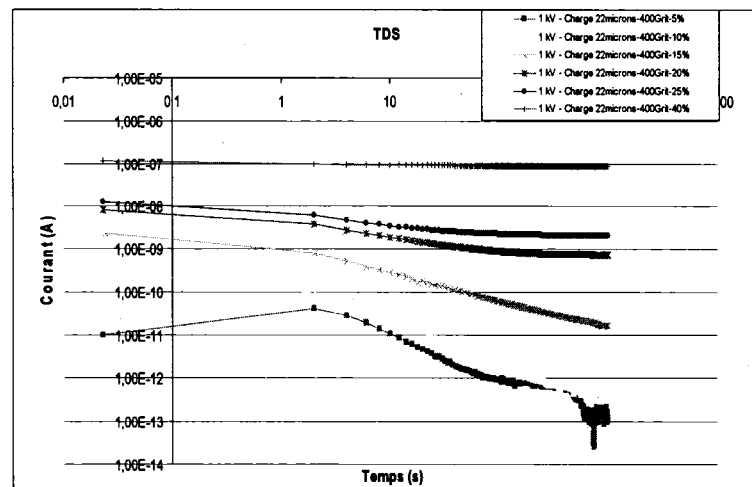


Figure 51 Comparaison des courants de charge pour le SiC de grosseur de 22microns – 400 grit

- **Comparaison des courants de décharge particules de SiC de grosseur de 22 microns – 400 grit.**

La figure 52 illustre les mesures obtenues pour les courants de décharge pour des particules de SiC de grosseur de 22 microns - 400 grit et pour différents pourcentages volumiques.

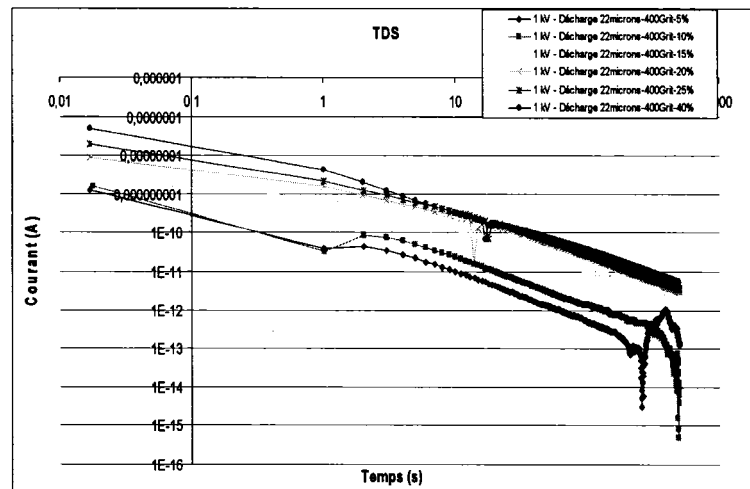


Figure 52 Comparaison des courants de décharge pour le SiC de grosseur de 22 microns – 400 grit

Les figures 53 et 54 illustrent les courbes des courants de charge et de courant de décharge pour les échantillons d'époxy pur et d'époxy contenant des particules de carbure de silicium de grosseur de 30 microns pour différents pourcentages volumiques. Comme pour les cas précédents, on peut remarquer que lorsque l'on augmente le pourcentage volumique, l'échantillon devient de plus en plus conducteur.

6.3.4 Particules de SiC de grosseur 30 microns-320 grit

Quelques mesure dans le domaine temporelle montrent des pics de courants de décharge, comme le cas d'époxy avec des particules de SiC de grosseur de 30 microns – 320 grit à 10% volumique. Dans la figure 53 on constate bien l'existence d'un pic de courant de décharge à la quatre-vingtième seconde. Cela est dû à un phénomène de transport de charge (voir section transport de charge en annexe). Ce phénomène est complexe et décrit dans la littérature [14].

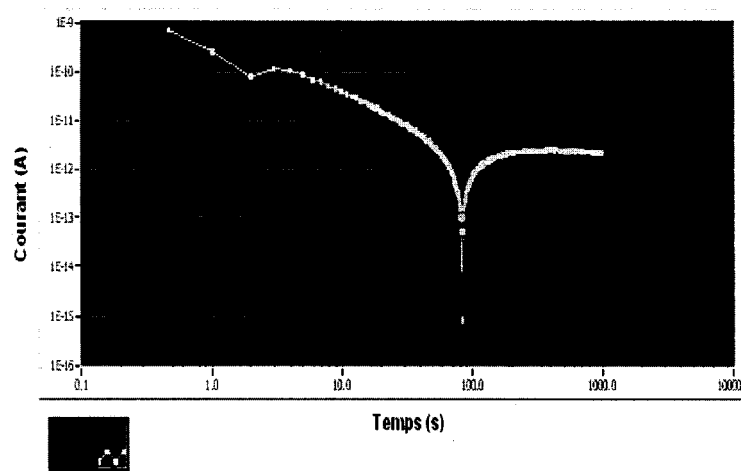


Figure 53 Mesure de courants de charge et de décharge (SiC -320 grit-10%)

- **Comparaison des courants de charge pour les particules de SiC de grosseur de 30 microns - 320 grit.**

La figure 54 résume les mesures obtenues pour les courants de charges pour les échantillons contenant des particules de SiC de grosseur de 30 microns-320 grit et pour différents pourcentages volumiques.

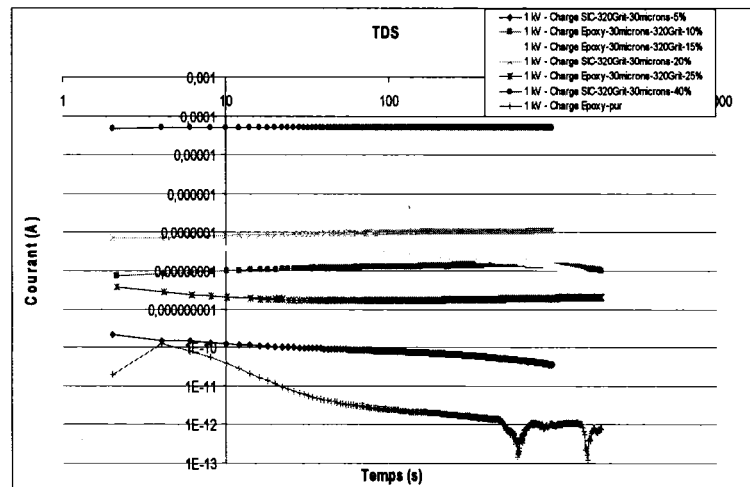


Figure 54 Comparaison des courants de charge pour le SiC de grosseur de 30 microns-320 grit

- Comparaison des courants de décharge pour les particules de SiC de grosseur de 30 microns-320 grit.

La figure 55 résume les mesures obtenues pour les courants de décharge pour les échantillons contenant des particules de SiC de grosseur de 30 microns-320 grit et pour différents pourcentages volumiques.

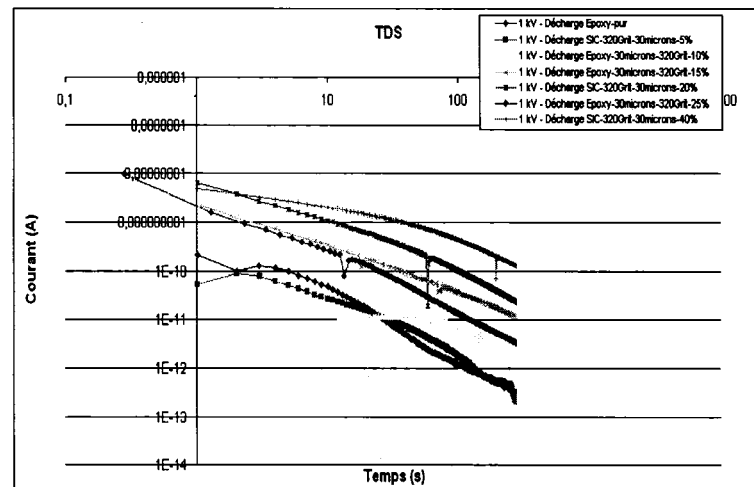


Figure 55 Comparaison des courants de décharge pour le SiC de grosseur de 30 microns-320 grit

6.3.5 Particules de SiC de grosseur 50 microns-240 grit

Les figures 36 à 42 présentées en annexe 3 illustrent les courbes des courants de charge et de décharge pour les échantillons d'époxy pur et les échantillons contenant des particules de carbure de silicium de grosseur de 50 microns pour différents pourcentages volumiques. Comme précédemment, on peut remarquer que lorsque l'on augmente le pourcentage volumique, l'échantillon devient de plus en plus conducteur. Les résultats comparatifs sont illustrés à la figure 57 et à la figure 58 pour les courants de charge et les courants de décharge respectivement.

Les échantillons d'époxy avec des particules de SiC de grosseur de 50 microns-240 grit à une concentration volumique 40% montre un courant de charge quasiment constant durant toute la période charge. Par contre le courant de décharge atteint des valeurs de l'ordre du pico- ampère à la fin du temps de décharge.

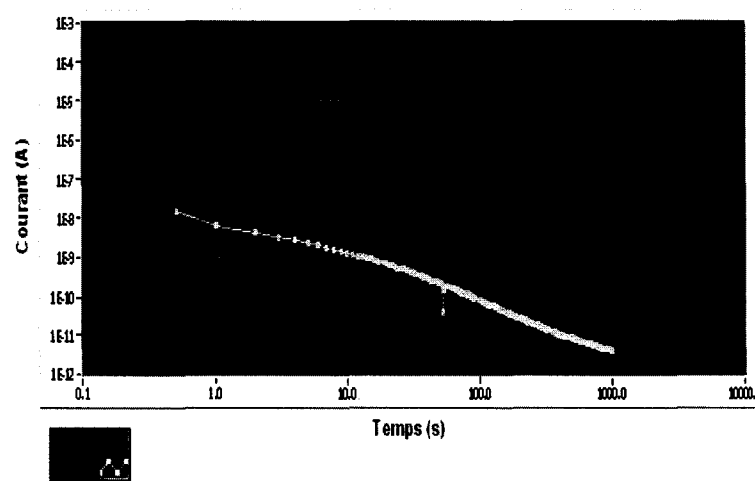


Figure 56 Mesure du courant de charge et décharge (SiC - 240 grit - 40%)

- **Comparaison des courants de charge pour les particules de SiC de grosseur de 50 microns-240 grit et pour différents pourcentages volumiques**

La figure 57 résume les mesures obtenues pour les courants de charge pour des échantillons contenant des particules de SiC de grosseur de 50 microns – 240 grit et pour différents pourcentages volumiques.

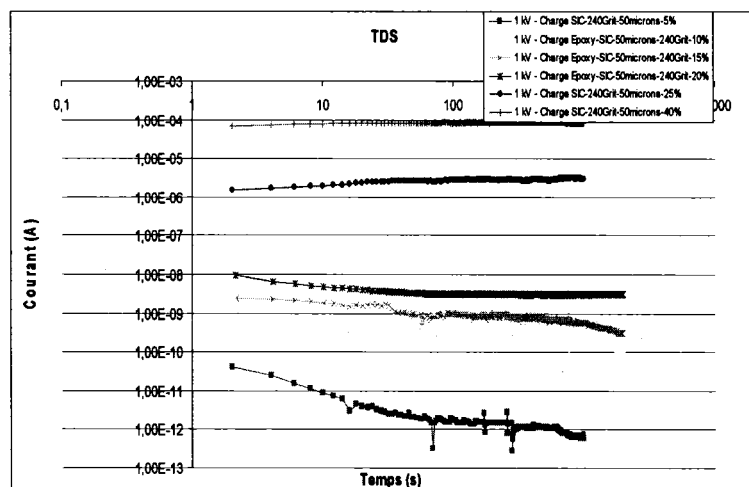


Figure 57 Comparaison des courants de charge pour le SiC de grosseur 50 microns-240 grit

- Comparaison des courants de décharge pour les particules de SiC de grosseur de 50 microns-240 grit et pour différents pourcentages volumiques.

La figure 58 résume les mesures obtenues pour les courants de décharge pour des échantillons contenant des particules de SiC de grosseur de 50 microns-240 grit et pour différents pourcentages volumiques.

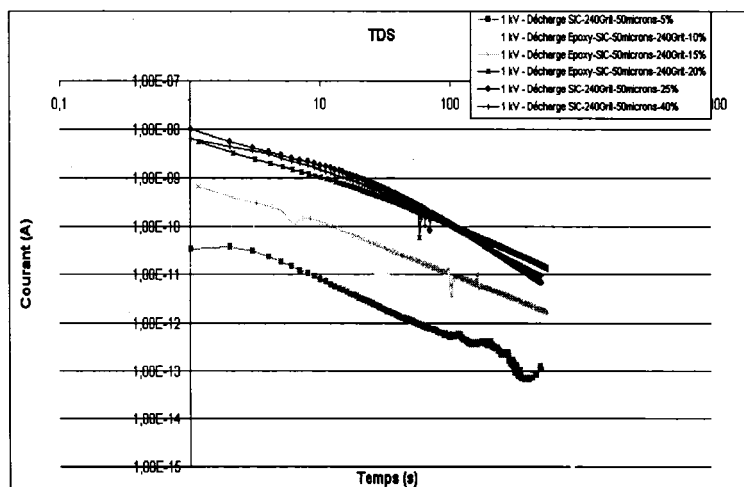


Figure 58 Comparaison des courants de décharge pour le SiC de grosseur de 50 microns-240 grit

6.4 Époxy – Al₂O₃

Les différents graphiques des courants de charge et de décharge pour les échantillons d'époxy renforcés par des particules d'alumine après l'application d'un échelon de tension de 1000 V sont présentées en annexe 3. Les temps de charge et de décharge sont toujours limités à 2000 s et 1000 s respectivement. Les résultats comparatifs sont illustrés à la figure 59 et à la figure 60 pour les courants de charge et les courants de décharge respectivement pour les particules d'alumine de 9 microns.

6.4.1 Particules de SiC de grosseur 9 microns-1000 grit

- **Courant de charge pour des particules d'alumine de grosseur de 9 microns 1000 grit pour différents pourcentages volumiques.**

La figure 59 résume les mesures obtenues pour les courants de charge pour des particules d'alumine de grosseur de 9 microns-1000 grit et pour différents pourcentages volumiques.

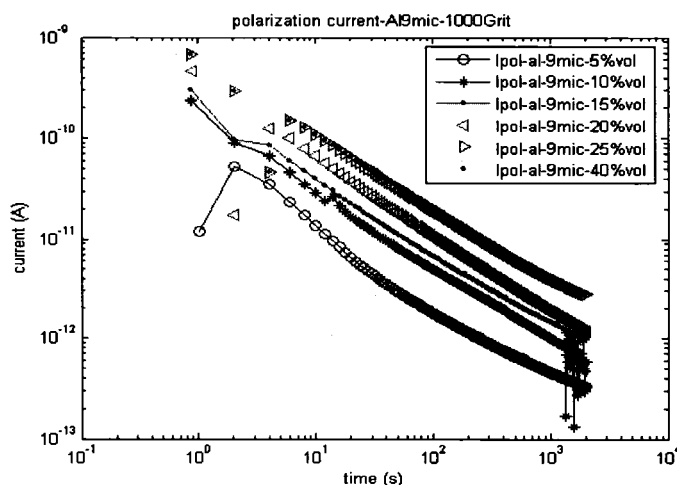


Figure 59 Comparaison des courants de charge pour l'alumine de grosseur de 9 microns-1000 grit

- **Courant de décharge pour des particules d'alumine de grosseur de 9 microns-1000 grit pour différents pourcentages volumiques.**

La figure 60 résume les mesures obtenues pour les courants de décharge pour des échantillons contenant des particules d'alumine de grosseur 9 microns-1000 grit et pour différents pourcentages volumiques.

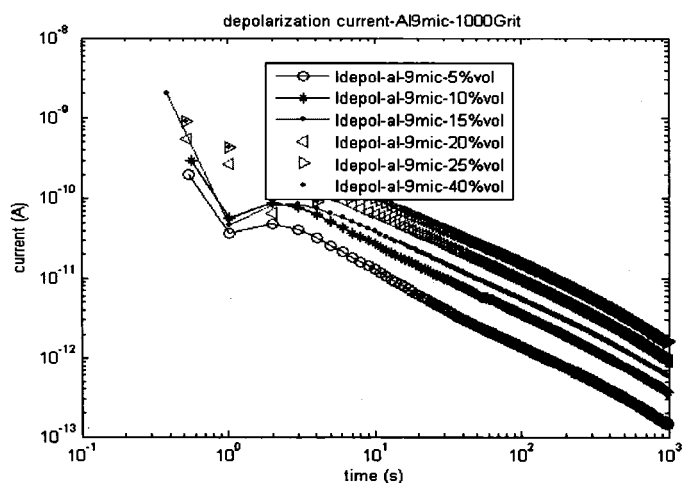


Figure 60 Comparaison des courants de décharge pour les particules d'alumine de grosseur de 9 microns-1000 grit

6.4.2 Particules de SiC de grosseur 22 microns-400 grit

- **Courant de charge pour des particules d'alumine de grosseur de 22 microns - 400 grit pour différents pourcentages volumiques.**

La figure 61 résume les mesures obtenues pour les courants de charges pour des échantillons contenant des particules d'alumine de grosseur de 22 microns-400 grit pour différents pourcentages volumiques.

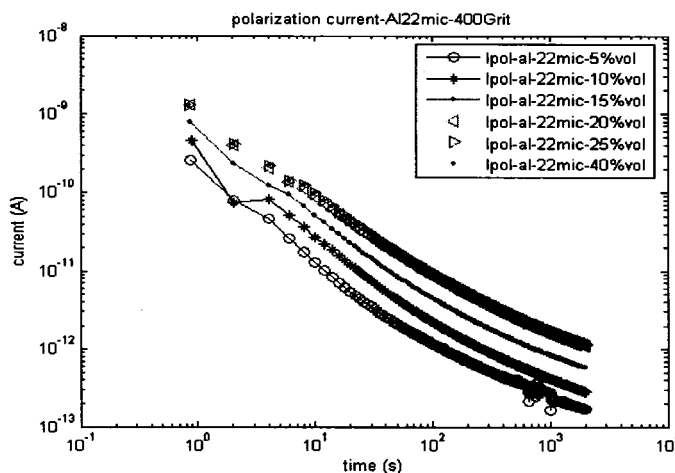


Figure 61 Comparaison des courants de charge pour les particules d'alumine de grosseur de 22 microns-400 grit

- **Courant de décharge pour des particules d'alumine de grosseur de 22 microns-400Grit pour différents pourcentages volumiques.**

Ce graphique résume les mesures obtenues pour les courants de décharges pour des particules d'aluminium de grosseur 22 microns-400 grit et de différents pourcentages volumiques.

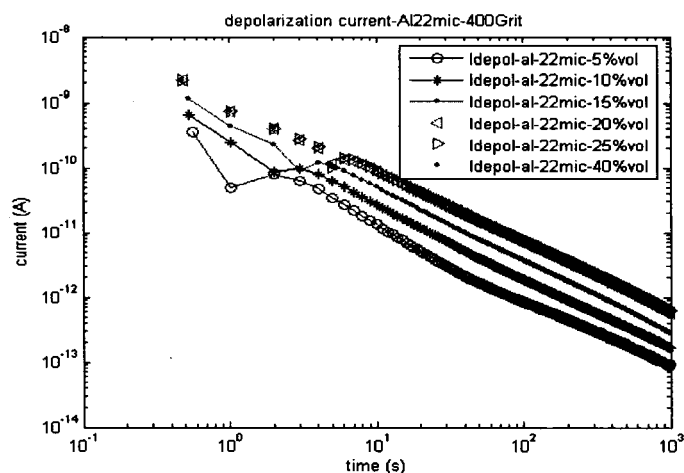


Figure 62 Comparaison des courants de décharge pour l'alumine de grosseur de 22 microns-400 grit

6.4.3 Particules de SiC de grosseur 50 microns-240 grit

- Courant de charge pour des particules d'alumine de grosseur de 50 microns-240 grit pour différents pourcentages volumiques.

La figure 63 résume les mesures obtenues pour les courants de charge pour des particules d'alumine de grosseur de 50 microns-240 grit et de différents pourcentages volumiques.

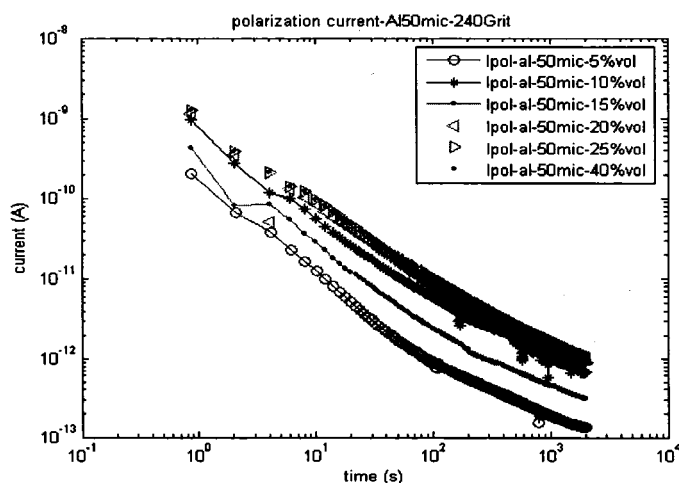


Figure 63 Comparaison des courants de charge pour des particules d'alumine de grosseur de 50microns-240 grit

- **Courant de décharge pour des particules d'alumine de grosseur de 50 microns-240 grit pour différents pourcentages volumiques.**

La figure 64 résume les mesures obtenues pour les courants de décharge pour des échantillons contenant des particules d'alumine de grosseur de 50 microns-240 grit et pour différents pourcentages volumiques.

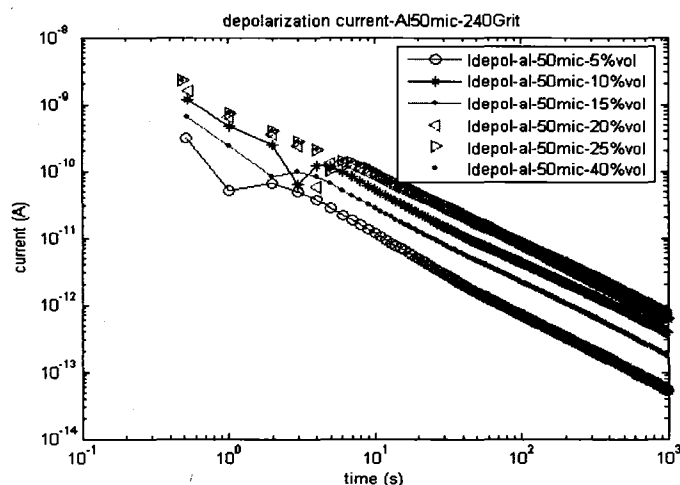


Figure 64 Comparaison des courants de décharge pour des particules d'alumine de grosseur de 50 microns-240 grit

6.5 Mesure fréquentielle « FDS » sur les matériaux composites

Les mesures dans le domaine des fréquences, FDS, ont été effectuées à l'aide d'un spectromètre diélectrique à large bande. Cet appareil de la compagnie Novocontrol, permet de faire un balayage de fréquence de 10^{-3} Hz à 10^5 Hz tout en appliquant un champ électrique à travers l'échantillon sous une tension sinusoïdale de 1 V [52].

La figure 65 montre l'appareil de mesure utilisé lors des essais dans le domaine fréquentielle. Les mesures fréquentielles ont été effectuées suivant la norme ASTM D150 [54]. L'appareil est relié directement à un ordinateur et l'acquisition des données se fait directement à partir d'un logiciel de mesure fréquentielle qui peut mesurer en

même temps plusieurs paramètres, tels que la conductivité, la permittivité complexe avec ses parties réelle et imaginaire, la résistivité, les pertes diélectriques, la capacitance...

Ce logiciel nous permet aussi évidemment de calculer l'angle de déphasage δ et la tangente de l'angle en question. L'enregistrement des données obtenues se fait directement à travers un fichier ASCII. Ce fichier nous permet d'analyser les données avec un autre logiciel comme matlab pour modéliser les résultats.

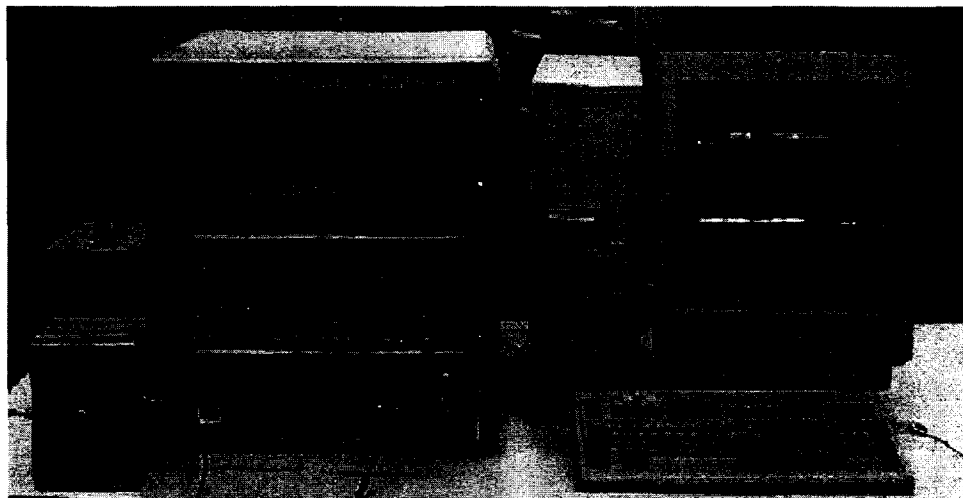


Figure 65 Appareil de spectromètre diélectrique à large bande

6.5.1 Mesure sur les échantillons contenant des particules de carbure de silicium

Pour les échantillons contenant des particules de carbure de silicium, les mesures des permittivités complexes ont été effectuées. La perte diélectrique (permittivité imaginaire) augmente légèrement vers les basses fréquences tandis que la permittivité réelle reste quasiment constante dans toute la plage de fréquence choisie, ce qui nous suggère une contribution importante de la conduction directe. Les sections suivantes présentent les mesures de permittivité réelle et imaginaire en fonction de la fréquence.

6.5.2 SiC à 1000 grit et pour différents pourcentages volumiques

La figure 66 représente la permittivité réelle ε' et la permittivité imaginaire ε'' en fonction de la fréquence pour des échantillons à matrice d'époxy contenant des particules de carbure de silicium de 9 microns (1000grit).

On peut constater que la fréquence n'a pas beaucoup influence sur la permittivité réelle de l'époxy qui n'est que légèrement renforcée par des particules, mais elle aura des effets remarquables pour les composites les plus renforcés (cas de SiC renforcée à 40%). La permittivité augmente avec l'augmentation des fractions volumiques de carbure de silicium. On peut facilement remarquer qu'aux basses fréquences l'augmentation de la permittivité en fonction de la fraction volumique est assez accentuée. Ce phénomène s'explique en partie par l'augmentation de la conductivité de l'échantillon. En effet, l'effet de la conductivité se manifeste dans les basses fréquences. Cet effet a surtout un impact sur la partie imaginaire de la permittivité.

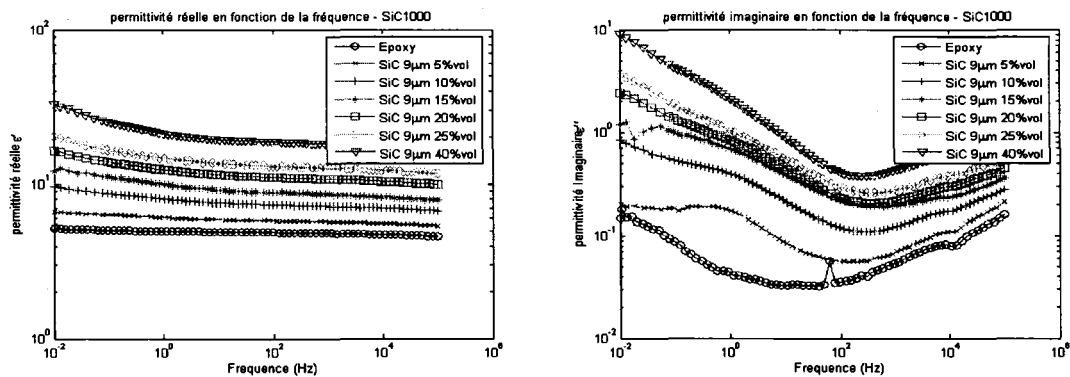


Figure 66 Permittivité réelle et imaginaire (SiC-1000 grit)

6.5.3 SiC à 400 grit et pour différents pourcentages volumique

La figure 67 illustre la permittivité réelle et imaginaire pour des échantillons à matrice d'époxy contenant des particules de carbure de silicium de 22 microns (400grit).

On peut constater la même interprétation au sujet de l'influence de la fréquence que pour les matrices d'époxy contenant des particules de carbure de silicium de 9 microns (1000 Grit). Par contre, la permittivité, réelle et imaginaire, a subi une augmentation notable par rapport aux figures précédentes pour toutes les fractions volumiques.

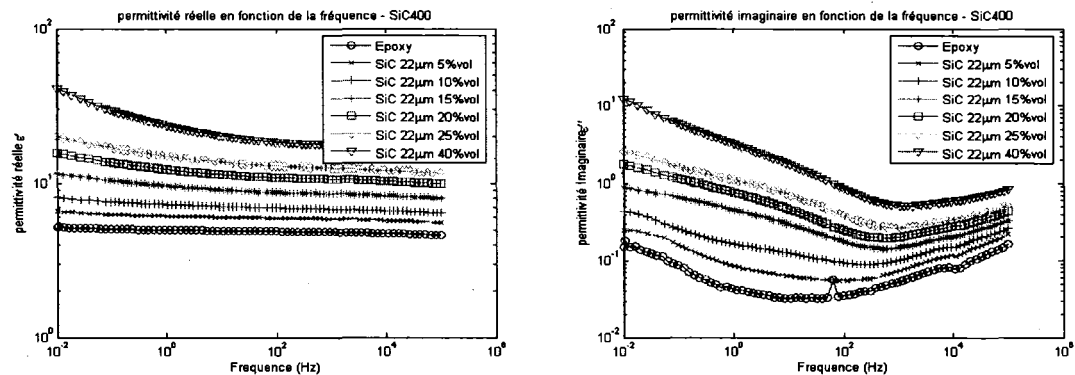


Figure 67 Permittivité réelle et imaginaire (SiC-400 grit)

6.5.4 SiC à 320 Grit et pour différents pourcentages volumique

Pour les cas des échantillons à matrice d'époxy contenant des particules de carbure de silicium de 30 microns (320 grit), la permittivité réelle et imaginaire augmente de façon importantes surtout aux basses fréquences et notamment pour les matrices dont la fraction de SiC est importante. À partir de 10kHz les courbes des permittivités se regroupent et l'écart entre les différents échantillons devient moindre. La figure 68 illustre bien cette constatation.

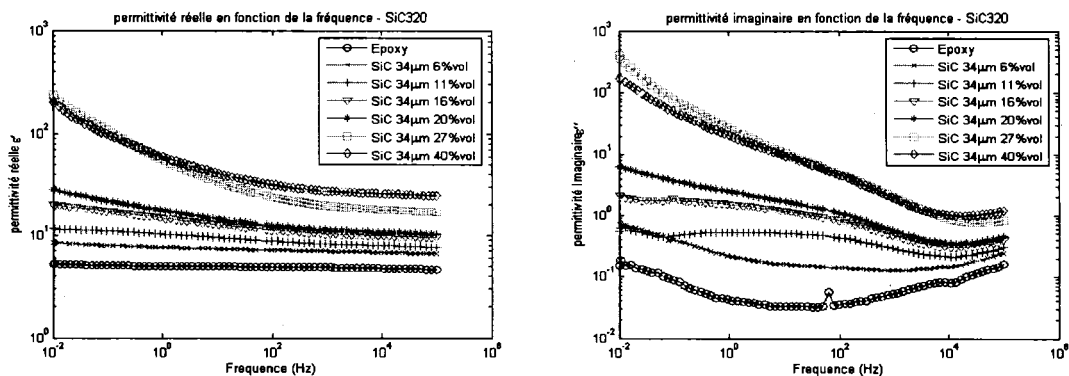


Figure 68 Permittivité réelle et imaginaire (SiC-320 grit)

6.5.5 SiC à 240 Grit et pour différents pourcentages volumiques

La figure 69 représente le cas des échantillons à matrice d'époxy contenant des particules de carbure de silicium de 50 microns (240 Grit). La fréquence a les mêmes effets que pour les figures précédentes, mais on constate bien que l'augmentation de la grosseur des grains amène des augmentations remarquables de permittivité complexe (réelle et imaginaire). On peut donc dire que la conduction est fortement dépendante de la taille des grains.

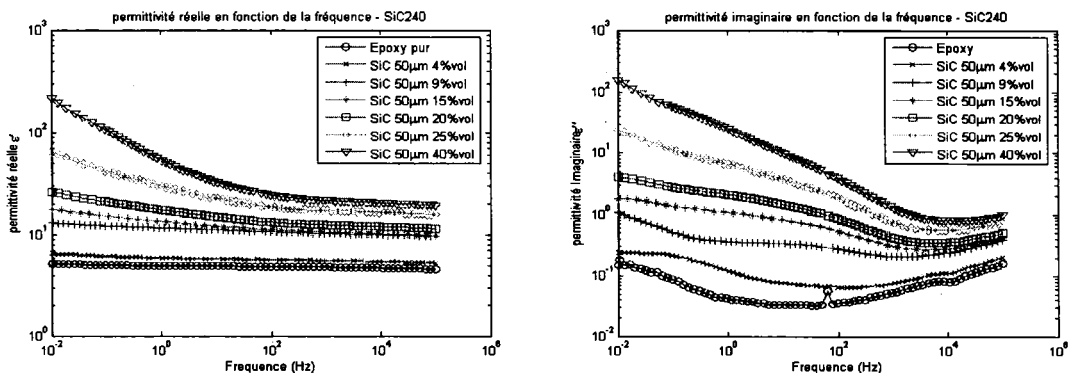


Figure 69 Permittivité réelle et imaginaire (SiC-240 grit)

6.6 Mesure sur les échantillons contenant des particules d'alumines (Al_2O_3)

6.6.1 Alumine -1000 grit pour différents pourcentages volumiques

À partir de 100 Hz, la permittivité réelle est quasiment constante pour toutes les fractions volumiques pour les échantillons renforcés par des particules d'alumine de 1000 grit. On peut dire donc que la permittivité est sensible seulement en basse fréquence pour des variations de concentrations volumiques des renforts.

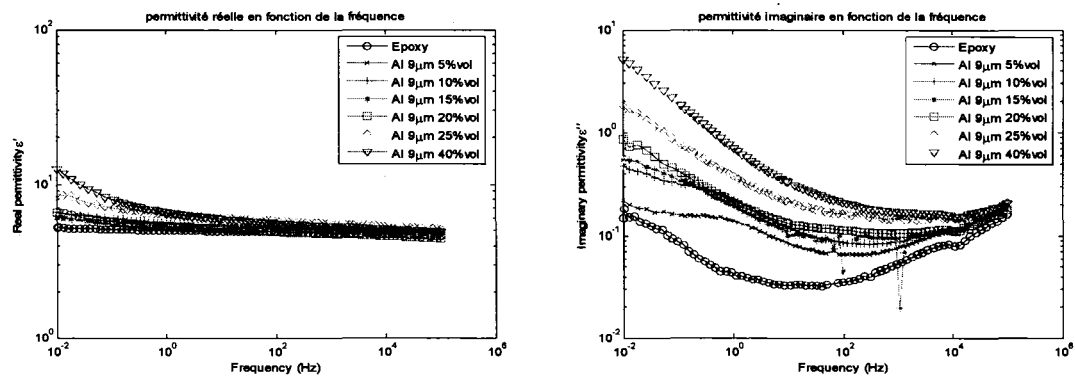


Figure 70 Permittivité réelle et imaginaire (1000 grit)

La figure 70 montre une augmentation très importante des pertes diélectriques aux basses fréquences, et une augmentation assez remarquable des pertes diélectriques en fonction du pourcentage volumique.

6.6.2 Alumine à 400 Grit pour différents pourcentages

Contrairement à ce qui a été observé pour les particules de 9 microns (taille des grains assez fins), la permittivité réelle subit de légères augmentations en fonction de la fréquence lorsque l'on augmente la concentration volumique pour les particules de 22 microns.

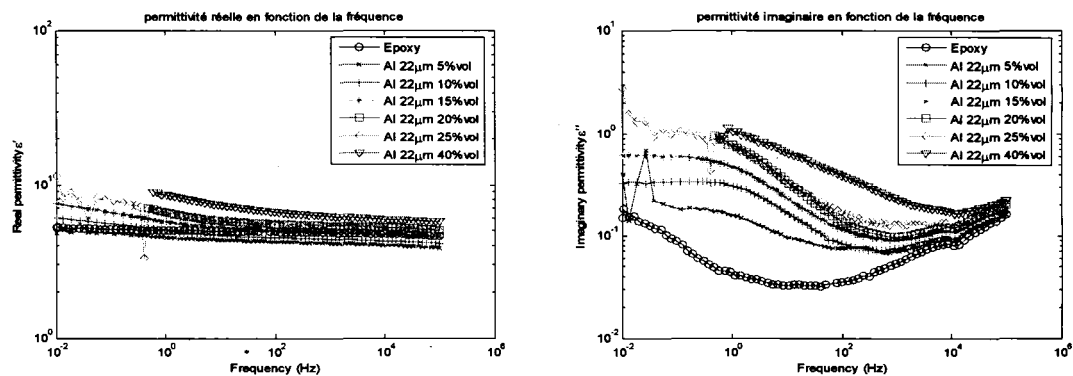


Figure 71 Permittivité réelle et imaginaire (400 grit)

La précision des mesures en basse fréquence est assez délicate. En effet, on constate un signal bruité pour quelques concentrations volumiques à partir de 0,1 Hz. Les essais expérimentaux montrent l'importance du pourcentage des renforts pour des particules d'alumine de 22 microns.

6.6.3 Alumine -240 Grit et pour différents pourcentages

Comme pour les essais illustrés à la figure 71, on constate la présence de bruit dans la figure 72 en très basses fréquences (au voisinage de 0,01Hz).

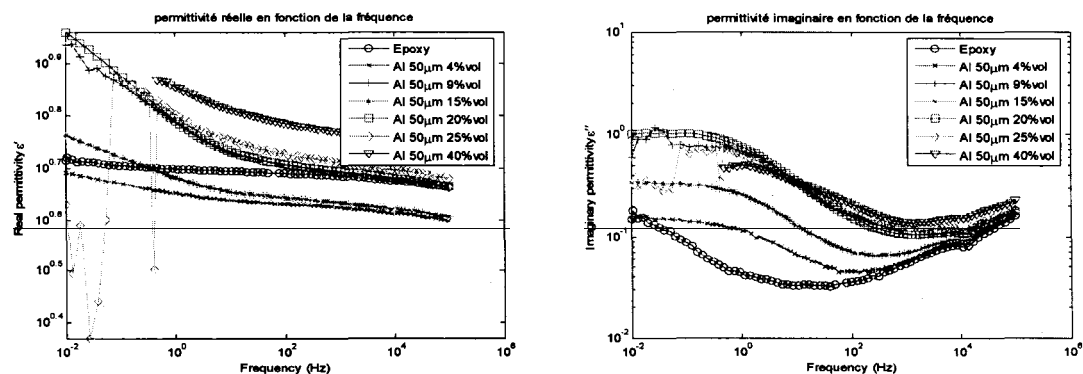


Figure 72 Permittivité réelle et imaginaire (240 grit)

6.7 Interprétation des résultats et conclusion

Les mesures TDS sont des mesures de courant de charge et de courant de décharge après l'application d'un échelon de tension DC pendant un temps appelé le temps de charge puis d'une mise en court-circuit pendant un temps de décharge.

La mesure en charge permet de mesurer le courant de déplacement ainsi que le courant de conduction directe (ou de fuite) circulant à travers l'échantillon (l'isolation), alors que la mesure en décharge n'est sensible qu'au courant de déplacement.

Les résultats expérimentaux dans le domaine temporel «TDS» ou dans le domaine fréquentiel «FDS» sont globalement satisfaisant si on tient compte des erreurs relatives dans les mesures. La comparaison des résultats entre eux soit dans le domaine temporel ou dans le domaine fréquentiel nous donne les interprétations suivantes :

- Matériaux composites :
 - Pour une même grosseur de particules dans une matrice d'époxy, la permittivité augmente si la fraction volumique de SiC ou d'alumine augmente, l'époxy pure ayant une permittivité plus faible.
 - Pour la même fraction volumique de SiC ou d'alumine et pour différentes grosseurs de particules, la permittivité est plus important pour les faibles grosseurs de particules si la fraction volumique est faible, mais dès que les fractions volumiques augmentent, la permittivité commence à augmenter énormément pour les particules les plus grosses.
 - Aux basses fréquences, la permittivité augmente fortement à cause de la contribution de la conductivité.

- La conductivité du matériau augmente avec la fraction volumique, ce qui a une influence remarquable sur la permittivité imaginaire.
- Les mesures sur les poudres permettent d'une part de modéliser la permittivité ainsi que la conductivité expérimentale, et d'autre part montre l'importance de la grosseur des particules sur la conductivité des poudres compactées. En effet, les poudres compactées de particules de 240 grit (50 microns) sont plus conductrices que celles de 320 grit (30 microns) et ces dernières plus conductrices que les poudres de 400 grit (22 microns).
- Les valeurs très élevées de la permittivité pour quelques échantillons notamment d'alumine s'expliquent par des défauts de fabrication. Pour ces échantillons, il est probable que le mélange ne soit pas suffisamment homogène et que des chemins de conduction privilégiés formés par les particules soient présents dans les échantillons. Pour des fractions volumiques inférieures au seuil de percolation, Il s'agit d'un phénomène local, donc on peut conclure que l'augmentation anormale de la permittivité est due principalement à des inhomogénéités dans la fabrication, difficiles à mettre en évidence par microscopie.
- huile et papier de transformateur :
 - Pour valider le système de mesure, des mesures dans le domaine temporel sur l'huile de transformateur ont été effectuées après l'application d'un échelon de tension de 1000 V durant un temps de charge 2000 s suivi d'un court circuit durant un temps de décharge de 1000 s.
 - Deux types d'huile sont utilisés, l'une neuve et l'autre vieille, l'objectif étant de savoir si la conductivité augmente ou diminue en fonction de temps de service d'huile en question.

- On constate que la conductivité augmente pour l'huile usée par rapport à l'huile neuve. Conséquemment, il est important de vérifier l'état de l'huile en service, puisque celle-ci perd ses caractéristiques isolantes avec le temps.
- bobines de réserve :
 - Les mesures effectuées sur le bobinage statorique nous permettent de conclure au bon fonctionnement du système de mesure vu que les résultats obtenus sont identiques ou même meilleurs que ceux obtenus par un ancien système de mesure moins rapide et moins précis que le notre.
 - Mais ces mesures sur le bobinage statorique nous permettent aussi de juger son état tout en faisant recours aux paramètres de diagnostics vus dans le chapitre 1 tel que, la résistance de l'isolation et l'indice de polarisation. En effet, si ces paramètres sont à l'intérieur des limites normalisées, on peut juger que la bobine est en bon état.
 - Pendant les mesures effectuées, on a constaté que la conduction directe (ou courant de fuite) est très faible, ce qui dénote une bonne propreté des développantes et un faible niveau d'absorption d'humidité du matériau isolant.
 - La méthode TDS qui est utilisée avec notre système de mesure, s'avère très efficace particulièrement dans le cas où une comparaison d'essais est effectuée à différents niveaux de tension ce qui semble permettre d'améliorer considérablement la sensibilité de la méthode en plus de permettre un diagnostic plus complet de l'état de l'enroulement statorique de l'isolation de masse.

CHAPITRE 7

MODÉLISATION DES RÉSULTATS

7.1 Introduction

Dans le chapitre précédent, nous avons étudié les résultats des mesures obtenues dans le domaine fréquentielle et dans le domaine temporel, pour le cas d'une bobine d'hydro-générateur, le cas d'huile de transformateur et surtout pour le cas de matériaux polymériques renforcés par des particules (carbure de silicium et alumine). Dans le cas des matériaux composites, nous avons montré l'importance de la grosseur des particules sur la conductivité d'une part et d'autre part l'influence de la fraction volumique et de la grosseur des particules sur les valeurs de la permittivité complexe.

L'objectif de ce chapitre est de comparer les résultats obtenus expérimentalement avec différents modèles et d'étudier le phénomène de compacité des particules conductrices afin de comprendre mieux le comportement de la conductivité pour les matériaux composites. Dans un premier temps, on modélise la permittivité dans le domaine des fréquences pour des concentrations fixes à l'aide de différents modèles. Par la suite, on modélise la permittivité à une fréquence fixe dans la bande de fréquence expérimentale pour différentes concentrations et finalement on modélise la conductivité en fonction de la concentration à l'aide des modèles de Bruggeman et des modèles de loi de puissance.

7.2 Modélisation dans le domaine des fréquences

Les parties réelles et imaginaires de la permittivité des échantillons renforcées par des particules de carbure de silicium et d'alumine respectivement mettent en évidence le

comportement des différentes contributions en fonction de la fréquence dans une gamme des fréquences de 10^{-2} à 10^5 Hz.

En effet, pour vérifier la validité des modèles étudiés dans le chapitre 4, nous les avons comparées avec les résultats des mesures expérimentales obtenues et mentionnées dans le chapitre 6.

7.2.1 Analyse à concentration fixe (deux grosseurs de particule par poudre)

Dans un premier temps, nous allons prendre une concentration fixe ($q = 0,05$ par exemple), et nous modéliserons la variation de la permittivité en fonction de la fréquence dans la gamme des fréquences étudiées. Nous comparerons les résultats obtenues expérimentalement avec les modèles développés dans le chapitre 4, et mentionné dans le tableau ci-dessous.

On prendra comme conductivité $\sigma_{SiC} \approx 6,5 \cdot 10^{-5} (\Omega \cdot m)^{-1}$ pour le carbure de silicium et $\sigma_{Al_2O_3} \approx 10^{-8} (\Omega \cdot m)^{-1}$ pour l'alumine et $\sigma_{Epoxy} \approx 4,43 \cdot 10^{-15} (\Omega \cdot m)^{-1}$ pour l'époxy [49] et les paramètres expérimentaux suivants pour les poudres : fraction volumique pour la poudre de carbure de silicium à 240 Grit est $q_{SiC240} = 0,61$ et la capacité sous vide est $C_0 = 1,71 \cdot 10^{-12}$ F . La fraction volumique de la poudre de carbure de silicium à 1000 Grit, est $q_{SiC1000} = 0,4$ et sa capacité sous vide est $C_0 = 1,14 \cdot 10^{-12}$ F. Pour chaque cas, la capacité parasite est $C_{edge} = 1,5 \cdot 10^{-12}$ F [54].

Les valeurs de la conductivité des particules de SiC et d'alumine viennent de la littératures et celle pour l'époxy vient de mesure expérimentale. La permittivité complexe de l'époxy se détermine à partir des mesures expérimentales sur un

échantillon de même dimension que tous les autres et la permittivité des particules se calculent à partir des mesures expérimentales sur les poudres compactées (voir chapitre 4).

Tableau X
Tableau comparatif des modèles empiriques

Dénomination	Formule
Limite de Wiener <ul style="list-style-type: none"> • limite supérieure • limite inférieure 	$\hat{\varepsilon}_{max} = q \cdot \hat{\varepsilon}_1 + (1 - q) \hat{\varepsilon}_2$ $\hat{\varepsilon}_{min} = \frac{\hat{\varepsilon}_1 \cdot \hat{\varepsilon}_2}{q \cdot \varepsilon_1 + (1 - q) \varepsilon_1}$
Modèle de Bruggeman	$(1 - q) \frac{\hat{\varepsilon}_1 - \hat{\varepsilon}_c}{\hat{\varepsilon}_1 + 2\hat{\varepsilon}_c} + q \frac{\hat{\varepsilon}_2 - \hat{\varepsilon}_c}{\hat{\varepsilon}_2 + 2\hat{\varepsilon}_c} = 0$
Loi de puissance $-1 \leq \beta \leq 1$	$\hat{\varepsilon}_c^\beta = q \hat{\varepsilon}_1^\beta + (1 - q) \hat{\varepsilon}_2^\beta$

$\hat{\varepsilon}_1$, $\hat{\varepsilon}_2$ et q sont respectivement les permittivités complexes des particules et de la matrice et la fraction volumique.

7.2.1.1 Limite de Wiener

Pour les différentes valeurs des pourcentages volumiques, les limites de Wiener (équation 4.14 et 4.15)) ont permis de déterminer les bornes inférieures et supérieures des permittivités complexes. Nous observons que les résultats expérimentaux obtenus pour des particules de carbure de silicium et d'alumine sont à l'intérieur des limites de Wiener exprimées par les relations indiquées dans le tableau 10 avec $\beta = 1$ et $\beta = -1$. Les figures 73 à 75 illustrent les limites de Wiener pour une concentration volumique de 25% pour deux grosseurs de particules (9 μm et 50 μm).

Pour des pourcentages assez élevés (cas de 25 % de la figure 73), la permittivité reste toujours dans la plage, mais subit des légères augmentations en basses fréquences tandis que les pertes diélectriques varient de façon significative entre 0,01 Hz et 100 Hz.

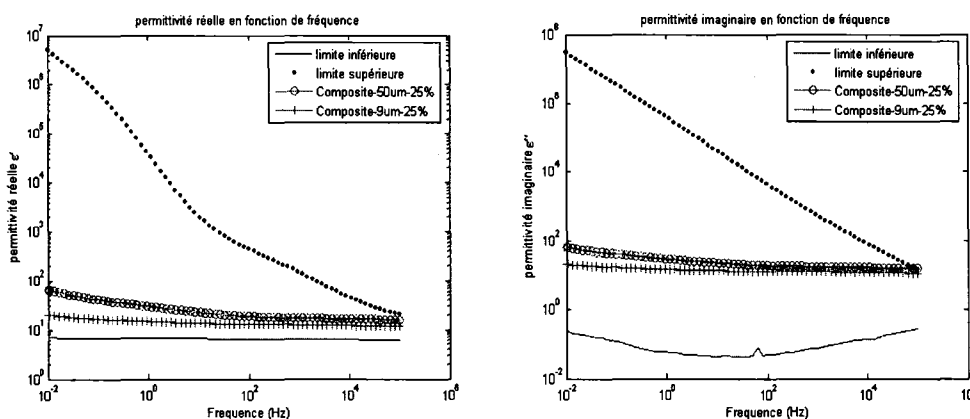


Figure 73 Limite de Wiener pour le composite à 25% de SiC

Pour les échantillons de SiC_240 grit, la permittivité réelle pour des pourcentages faibles (5%) reste quasiment constante au voisinage de borne inférieure de limite de Wiener. Cette limite inférieure est aussi au voisinage de l'époxy pur (matrice isolante).

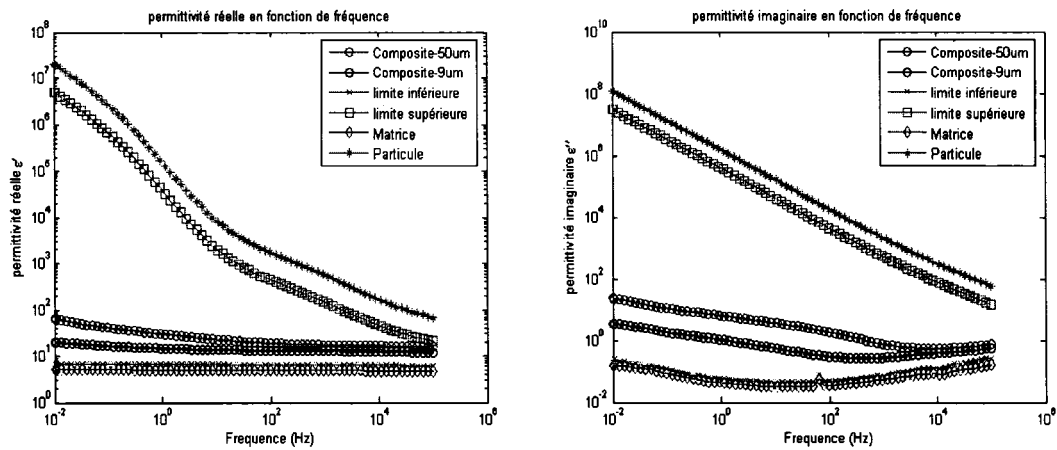


Figure 74 limite de Wiener pour les particules de SiC à 5 % volumique

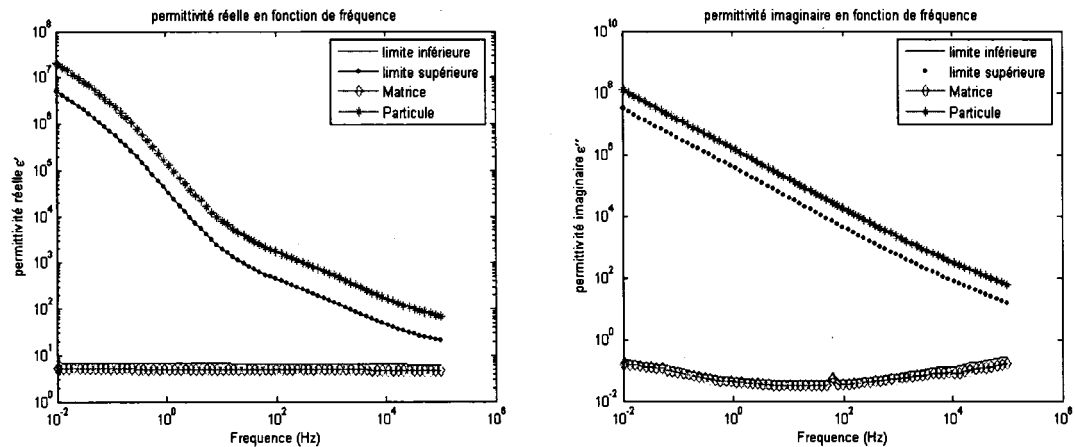


Figure 75 Limite de Wiener à 5% comparées avec les mesures sur l'époxy pur et les particules.

7.2.1.2 Loi de puissance

- **Époxy avec des particules de carbure de silicium à 1000 grit-20%**

En faisant un meilleur fitting des valeurs de β , le modèle de loi de puissance s'accordera raisonnablement bien avec les mesures expérimentales obtenues. La figure suivante pour le cas des particules de silicium à 1000 grit - 20% volumique montre cette constatation.

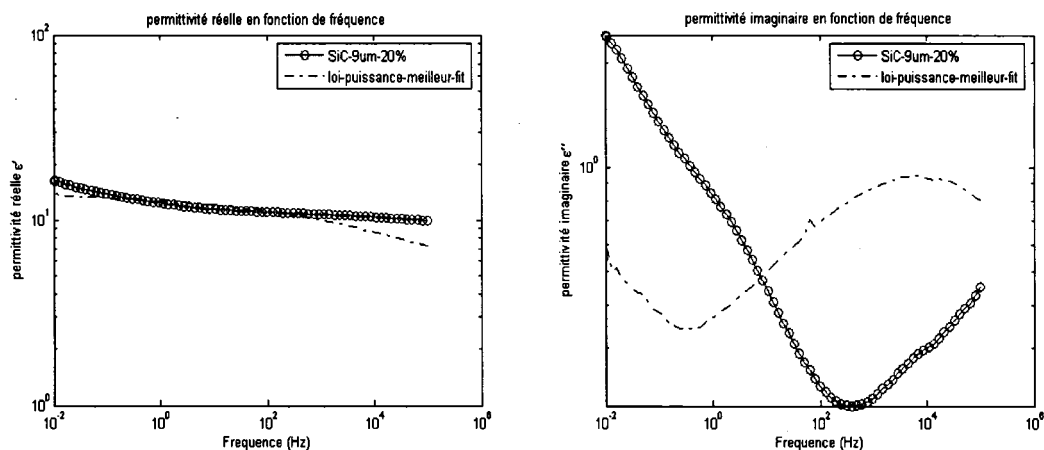


Figure 76 Modélisation par la loi de puissance pour l'époxy/SiC-9um-20%

- **Époxy avec des particules de carbure de silicium à 240 grit-20%**

La figure 77 pour le cas des particules de silicium à 240 grit - 20% volumique montre aussi un certain accord entre les mesures expérimentales et le meilleur fit de la loi de puissance.

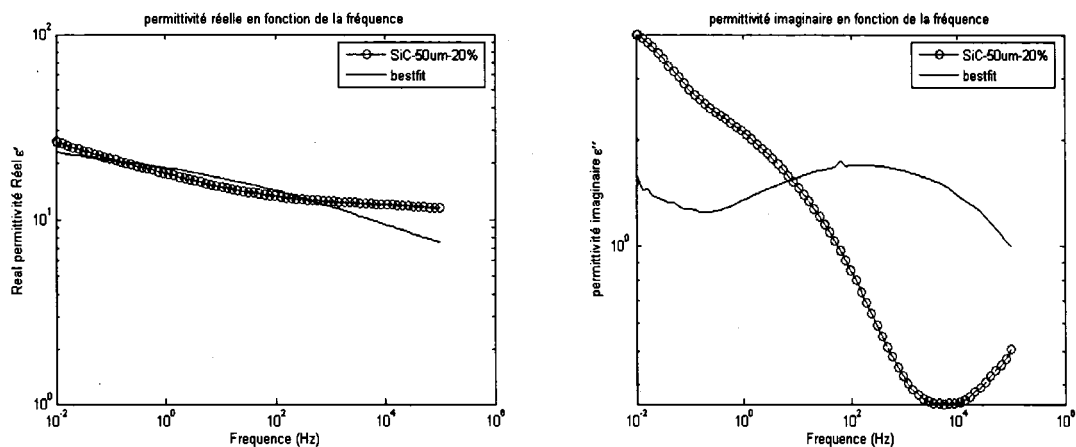


Figure 77 Modélisation par la loi de puissance pour l'époxy/SiC-50um-20%

7.2.1.3 Modèle de Bruggeman

Contrairement au modèle de la loi de puissance en faisant un meilleur fitting des valeurs de β , la modélisation des mesures expérimentales pour des concentrations faibles et fortes pour le carbure de silicium ne montre pas un accord important avec le modèle de Bruggeman. Dans le tableau suivant, les valeurs de β donnant le meilleur accord avec des résultats expérimentaux sont illustrées. Ces valeurs ont été obtenues à l'aide d'un calcul itératif (Matlab).

Tableau XI

Meilleur choix des valeurs de β

		β
SiC_1000 grit	5%	-0,2350
	20%	-0,2250
	40%	-0,3450
SiC_240 grit	5%	-0,2750
	20%	-0,1350
	40%	-0,1650

- **Époxy avec des particules de carbure de silicium à 1000 grit-5%**

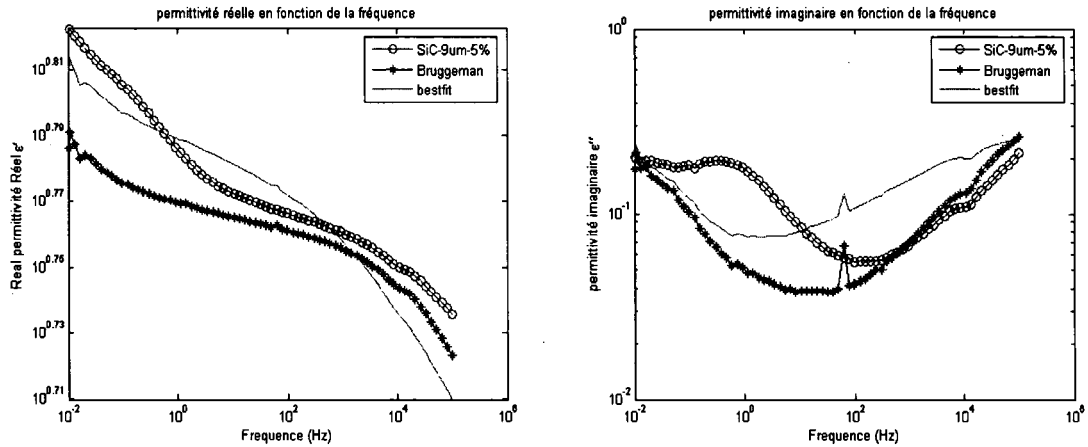


Figure 78 Modélisation par de Bruggeman pour l'époxy/SiC-9um-5%

- **Époxy avec des particules de carbure de silicium à 1000 grit-20%**

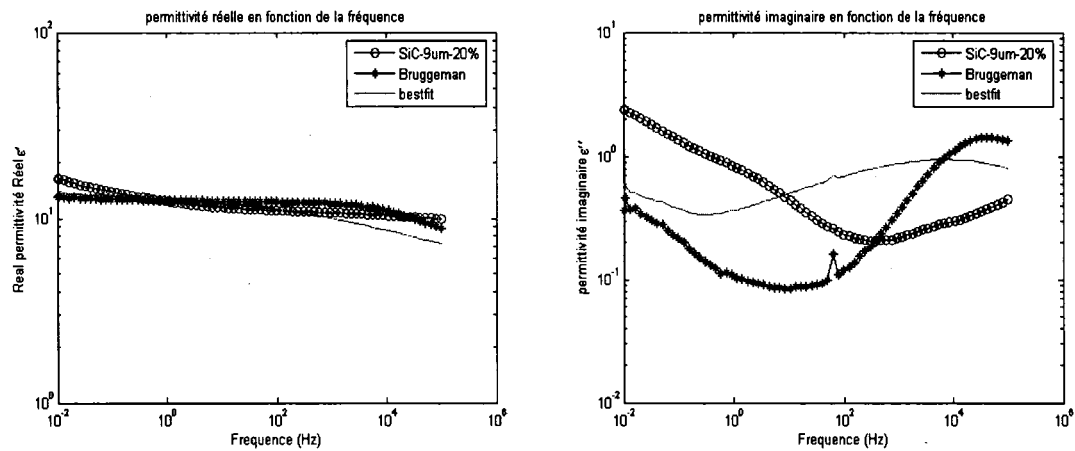


Figure 79 Modélisation par de Bruggeman pour l'époxy/SiC-9um-20%

- **Époxy avec des particules de carbure de silicium à 240 grit-5%**

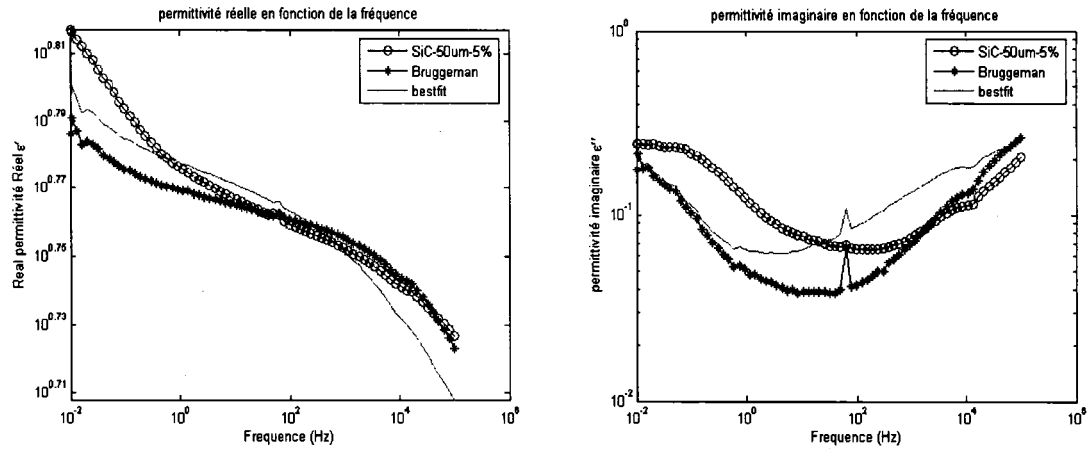


Figure 80 Modélisation par de Bruggeman pour l'époxy/SiC-50um-5%

- **Époxy avec des particules de carbure de silicium à 240 grit-20%**

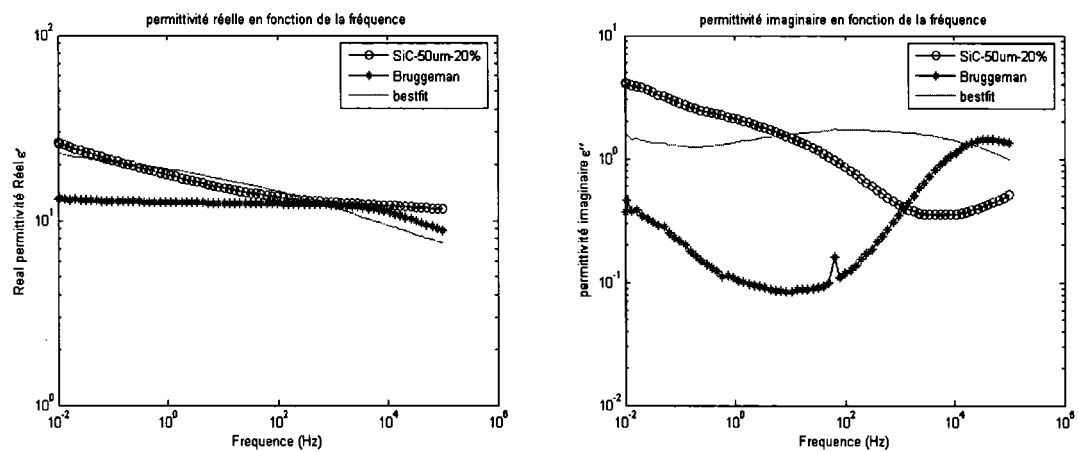


Figure 81 Modélisation par de Bruggeman pour l'époxy/SiC-50um-20%

7.2.1.4 Comparaison entre modèles

Une comparaison entre les différents modèles qui ont été étudiés dans le chapitre 4 et les résultats expérimentaux, nous montre qu'aucune des formules issues de ces modèles ne convient pour donner une très bonne concordance pour la permittivité réelle et imaginaire des constantes diélectriques. Toutefois, la loi de puissance avec des coefficients variant entre -0,5 et 0,5, montre quelques accords avec les résultats expérimentaux.

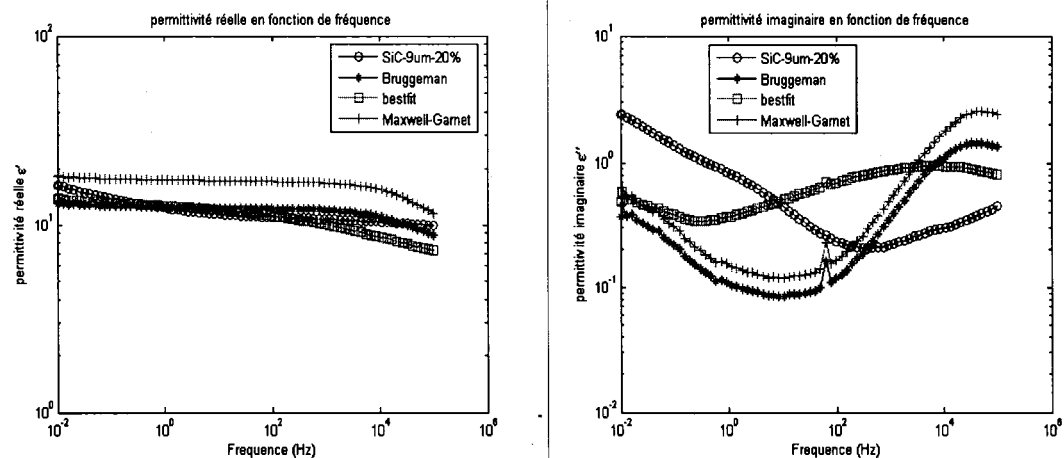


Figure 82 Différents modèles avec des particules de SiC_1000 grit à 20%

7.3 Analyse à fréquence fixe

7.3.1 En haute fréquence (10^4 Hz)

La variation de la permittivité en fonction de la fraction volumique de particules est illustrée sur la figure 83 pour des renforts de particules de SiC de 50 μm . On remarque que l'augmentation de la permittivité avec la fraction volumique est bien observée.

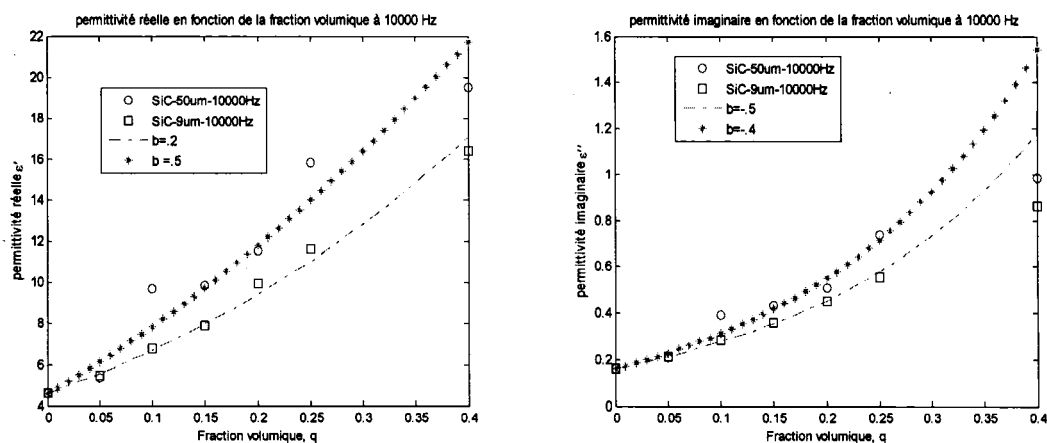


Figure 83 Permittivité à 10^4 Hz en fonction de la fraction volumique de SiC à 50 μm

7.3.2 En basse fréquence (10^{-2} Hz)

À un point fixe en basse fréquence, l'importance des grosseurs de particule de renfort est encore remarquable. La permittivité réelle de ce dernier subit une augmentation importante avec l'augmentation des fractions volumiques. Par contre, pour les particules des carbures de silicium fines, l'augmentation de la permittivité avec l'augmentation de la fraction volumique est beaucoup plus faible.

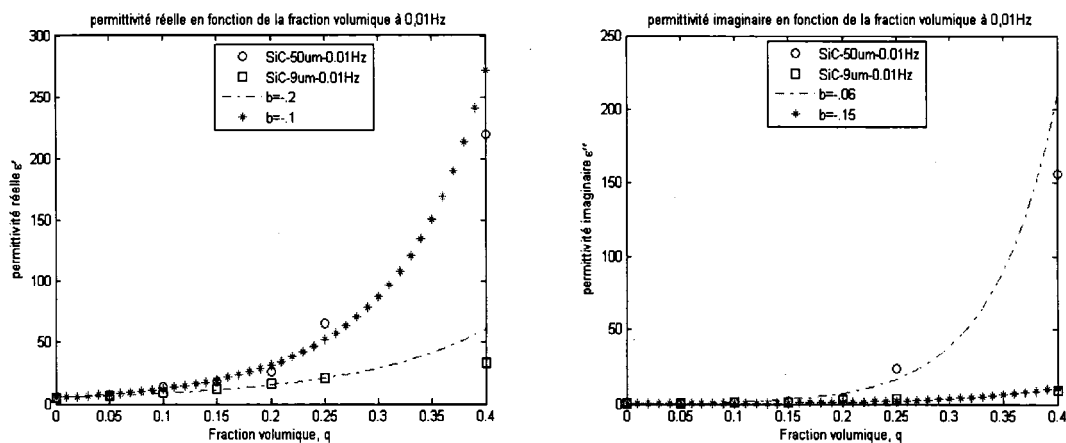


Figure 84 Permittivité à 10^{-2} Hz en fonction de la fraction volumique de SiC à 50 μm

La permittivité diminue de façon considérable lors de l'augmentation de la fréquence, mais entre 10 kHz et 100 kHz cette diminution est faible. Les valeurs de β dans les figures 83 et 84 correspondent aux valeurs donnant le meilleur accord avec les résultats expérimentaux.

7.4 Modélisation dans le domaine du temps pour la conductivité

Pour les mesures dans le domaine temporel, on constate que la conductivité augmente significativement pour des valeurs supérieures à 10% de la fraction volumique. Pour tous les résultats expérimentaux obtenus dans le domaine temporel, on n'a détecté aucun seuil clair de percolation.

Dans le domaine temporel comme dans le domaine fréquentiel à basse fréquence, les composites ayant les plus grosses particules de renfort montrent une conductivité plus forte.

7.4.1 Conductivité

Les valeurs de la conductivité expérimentale ont été déterminées suivant la relation (3.40) du chapitre 3. Les mesures temporelles expérimentales des courants de charge et de décharge ont été motionnées dans le chapitre 6. Le tableau suivant décrit les valeurs de la conductivité en fonction des fractions volumique.

Tableau XII

Valeurs des conductivités des particules de carbures de silicium et d'alumine ($(\Omega \cdot m)^{-1}$)

		Époxy pur	5%	10%	15%	20%	25%	40%
SiC	SiC_240	4.43 e-15	9.06e-15	2.73e-12	6.17e-12	2.38e-11	4.43 e-8	7.25 e-7
	SiC_1000	4.43 e-15	4.75e-15	9.97e-14	2.45e-13	1.27e-12	2.25e-12	1.69e-11
Al_2O_3	Al_240	4.43 e-15	8.73e-15	2.30e-13	6.11e-13	5.24e-12	5.18e-11	4.13e-10
	Al_1000	4.43 e-15	4.65e-15	4.65e-14	9.98e-14	2.60e-13	8.84e-13	5.35e-12

• Carbure de Silicium

La figure 85 représente la conductivité calculée par l'équation 3.40 pour les échantillons contenant du carbure de silicium pour les grosses (240 grit) et les petites (1000 grit) particules de renfort. On constate que pour une même fraction volumique, les échantillons contenant des particules de 50 μm sont beaucoup plus conducteurs que ceux contenant des particules de 9 μm .

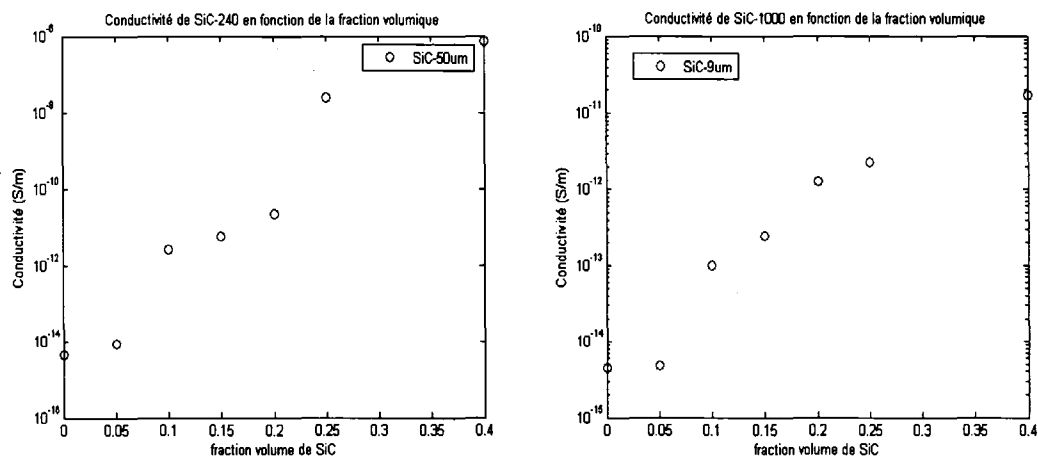


Figure 85 Conductivité des échantillons contenant du SiC à 240 et 1000 Grit respectivement

- **Alumine**

La figure 86 représente la conductivité des échantillons contenant des particules d'alumine pour des grosses et des petites particules de renfort. On constate bien que les particules d'alumine à 240 grit sont beaucoup plus conductrices que les particules à 1000 grit.

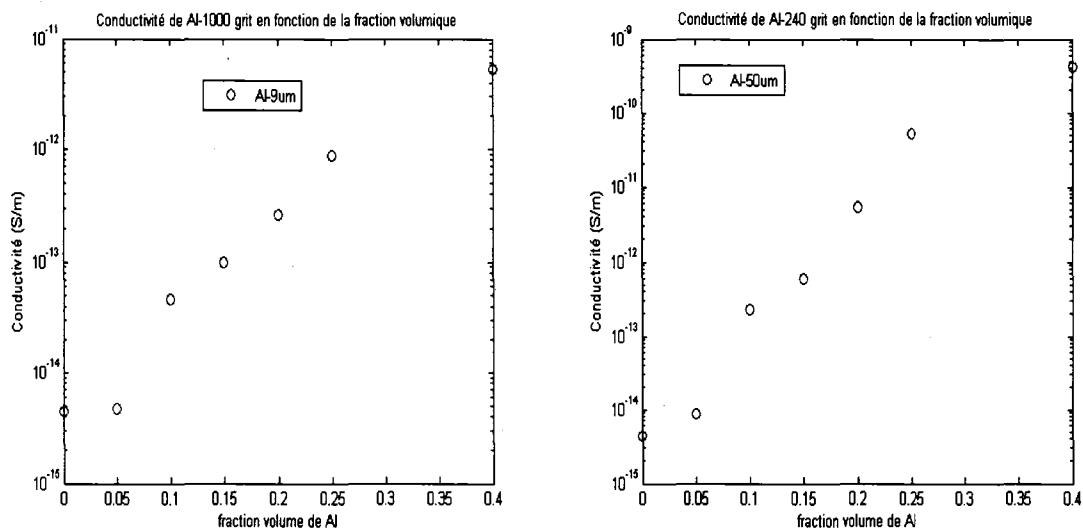


Figure 86 Conductivité des échantillons contenant de l'alumine à 240 et 1000 Grit respectivement

7.4.2 Modèle de Bruggeman

Les résultats expérimentaux de la conductivité pour les particules de carbure de silicium et d'alumine ne sont pas en accord avec le modèle de Bruggeman qui rapporte un comportement de type percolatoire. Pour la modélisation, on a utilisé des valeurs expérimentales de conductivité suivantes : $\sigma_{\text{SiC}} \approx 6,5 \cdot 10^{-5} (\Omega \cdot \text{m})^{-1}$ pour le carbure de silicium et $\sigma_{\text{Al}_2\text{O}_3} \approx 10^{-8} (\Omega \cdot \text{m})^{-1}$ pour l'alumine et $\sigma_{\text{Epoxy}} \approx 4,43 \cdot 10^{-15} (\Omega \cdot \text{m})^{-1}$

pour l'époxy [49]. La figure 87 illustre la variation de la conductivité des particules pour le carbure de silicium et l'alumine à 240 grit et à 1000 grit selon le modèle de Bruggeman.

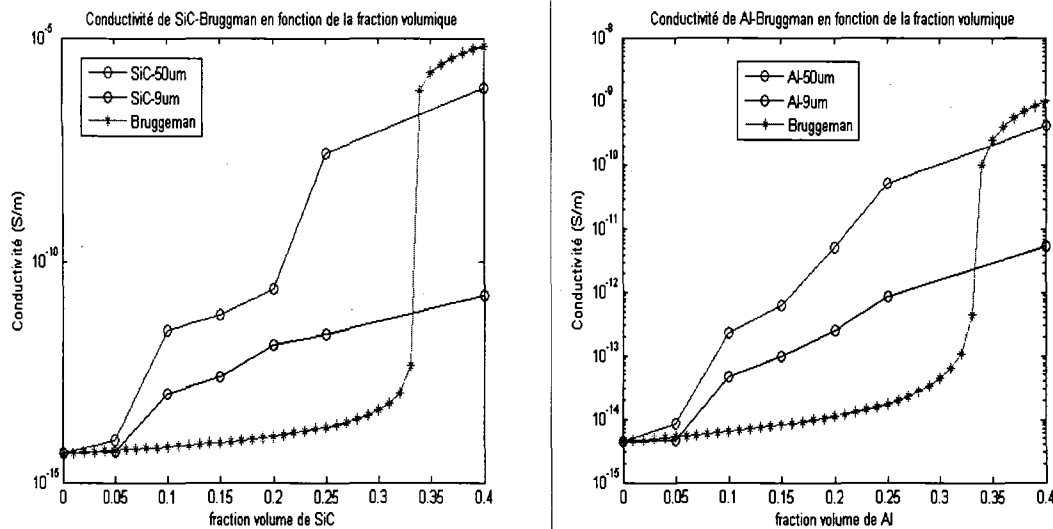


Figure 87 Conductivité de SiC et d'alumine à 240 et 1000 Grit modélisé par Bruggeman

7.4.3 Loi de puissance

Les résultats expérimentaux des composites ont montrés qu'une loi de puissance avec des faibles valeurs de β permet de décrire l'évolution de la conductivité électrique des composites étudiés dans le cadre de ce travail. La figure 88 montre le meilleur choix des valeurs de β pour les particules de SiC et d'alumine respectivement.

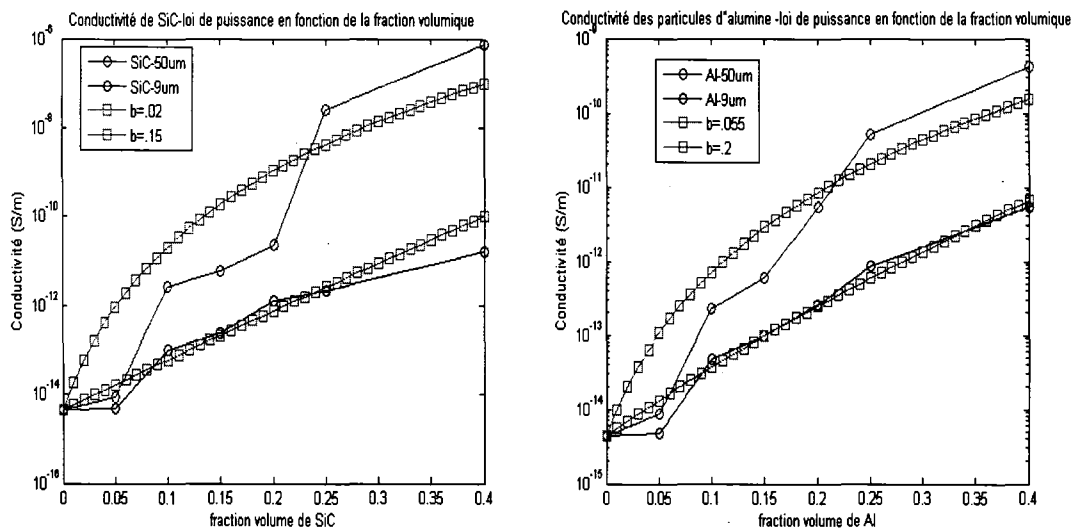


Figure 88 Conductivité de SiC et d'alumine à 240 et 1000 Grit modélisé par la loi de puissance

7.4.4 Courants de charge et de décharge

Les mesures expérimentales mentionnées dans le chapitre 6 pour les échantillons de carbure de silicium et d'alumine peuvent être comparées entre eux pour obtenir la variation de la conductivité des échantillons pour des concentrations volumiques et des tailles de grains identiques.

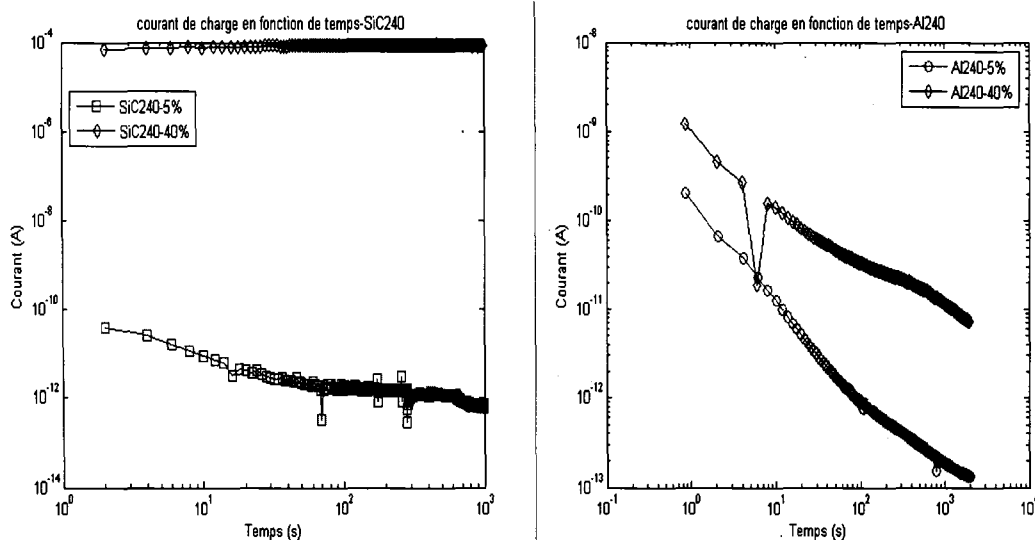


Figure 89 Comparaison entre les courants de charge pour le carbure de silicium (SiC_240) et l'alumine (Al_240) à 5 et 40 % volumique

Le courant de charge pour le SiC-240 grit varie rapidement avec la variation de fraction volumique. Ce courant est quasiment stable dans le domaine temporel pour des concentrations élevées. Pour l'alumine, le courant de charge ne varie pas de façon aussi importante que par le SiC et diminue rapidement pour les échantillons contenant des particules de faible concentration volumique.

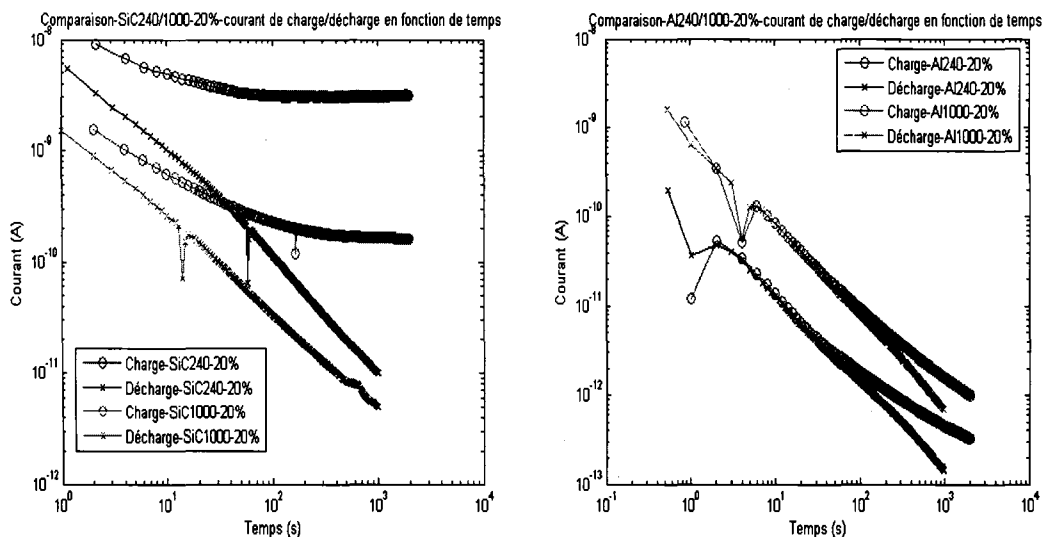


Figure 90 Comparaison entre les courants de charges du carbure de silicium et de l'alumine à 240 et 1000 grit et 20 % volumique

Pour une concentration de 20%, le courant de décharge se caractérise par un comportement linéaire décroissant selon la figure 90. Ceci est vrai pour les particules les plus fines (1000 grit) de carbure de silicium et d'alumine. Cette diminution est plus élevée dans le cas du carbure de silicium que pour l'alumine. Tandis que dans le cas des concentrations élevées de carbure de silicium, le courant de charge atteint le niveau de saturation.

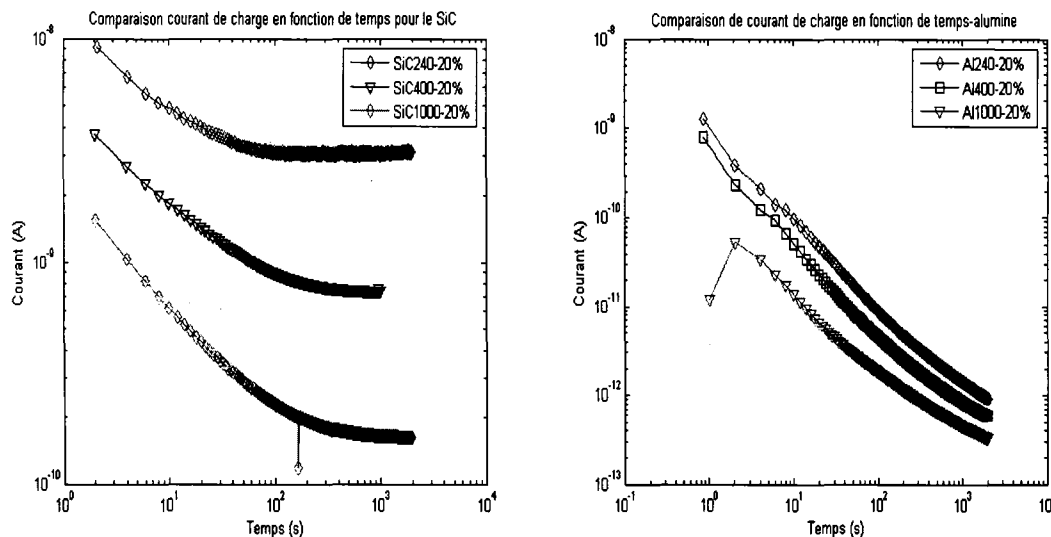


Figure 91 Comparaison entre les courants de charge du SiC et d'alumine pour des grosseurs de 240, 400 et 1000 à 20 % volumique respectivement

Dans toutes les graphes 92, 93 et 94, les différentes mesures des courants de charge pour les deux particules de renforts (SiC et alumine) et pour différentes concentrations volumiques, montrent qu'à partir d'un seuil de percolation (approximativement 10% volumique), les composites contenant du carbure de silicium deviennent beaucoup plus conducteurs que ceux contenant de l'alumine si l'on augmente la fraction volumique.

L'importance de la taille de grain des particules de renfort est très remarquable aussi dans le domaine temporel. Numériquement, le tableau suivant récapitule l'ordre des grandeurs des courants de charge pour les différentes particules.

Tableau XIII

Comparaison entre les valeurs des courants de polarisation (en A)

	240 Grit		400 Grit		1000 Grit	
	10%	40%	10%	40%	10%	40%
SiC après (2000 s)	1.15 e-10	8.21 e-5	3.38 e-13	8.65 e-8	1.24 e-11	2.10 e-9
Alumine après (2000s)	5.26 e-12	7.21 e-12	3.64 e-13	3.54 e-12	5.85 e-13	5.31 e-11

Pour les mesures des courants de charge, dans le domaine temporel, on constate qu'à partir d'un certain pourcentage, le carbure de silicium devient de plus en plus conducteur avec l'augmentation de la fraction volumique et en même temps beaucoup plus conducteur que l'alumine avec la même fraction volumique. À partir de ce seuil, les échantillons contenant du carbure de silicium deviennent plus conducteurs que ceux contenant de l'alumine avec la plus grande fraction volumique. On peut conclure donc que la conductivité des échantillons contenant du SiC est très sensible avec l'augmentation de la fraction volumique et que la taille des grains est aussi importante, particulièrement au dessus du seuil de percolation. Par contre, la conductivité de l'alumine n'augmente que légèrement avec l'augmentation de la concentration volumique.

Les figures 92, 93 et 94 expliquent bien ce phénomène d'augmentation de la conductivité en fonction de la fraction volumique et la taille de grain dans le domaine temporel pour les particules de renfort étudiées.

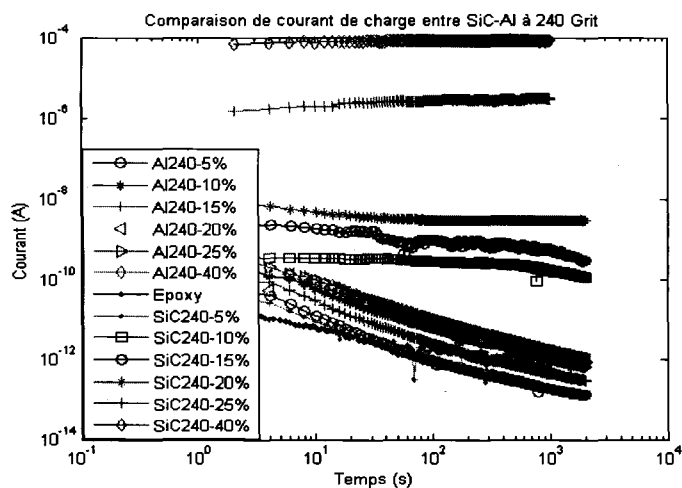


Figure 92 Comparaison entre les courants de charges des particules de carbure de silicium (SiC_240) et des particules de l'alumine (Al_240) pour différentes concentration

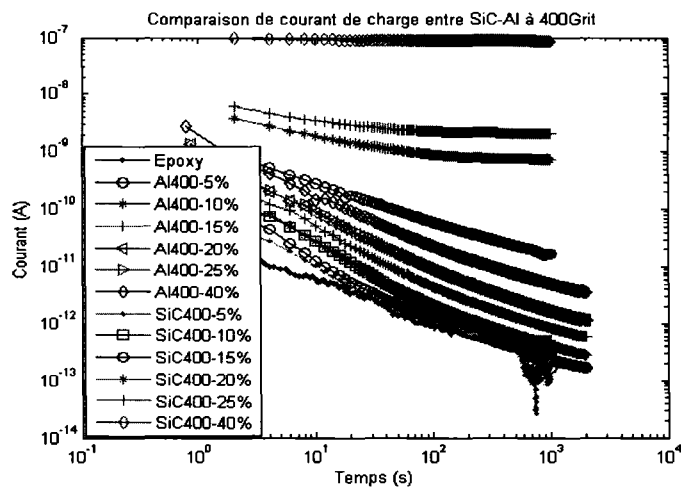


Figure 93 Comparaison entre les courants de charges des particules de carbure de silicium (SiC_400) et de l'alumine (Al_400) pour différentes concentration

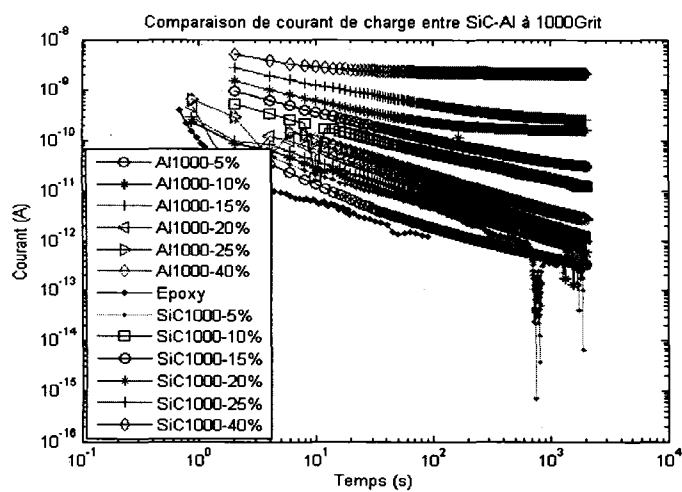


Figure 94 Comparaison entre les courants de charges des particules de carbure de silicium (SiC_1000) et de l'alumine (Al_1000) pour différentes concentration

CONCLUSION GÉNÉRALE

L'étude des propriétés diélectriques des matériaux composites à matrice isolante renforcée par des particules de carbure de silicium et d'alumine dans le domaine temporelle sous une tension de 1000 V et dans une bande de fréquence (de 10^{-2} Hz à 10^5 Hz) a conduit à la mise en évidence de deux comportements.

La conductivité électrique et la constante diélectrique (permittivité) sont fortement liées à la taille des grains des particules de renfort en plus de la concentration volumique.

L'augmentation de la concentration volumique des particules de renfort a une grande influence sur la permittivité réelle, particulièrement en basse fréquence, ainsi que sur la conductivité électrique.

Les échantillons qui ont été étudiés dans ce travail ont été fabriqués au laboratoire. Il existe donc une possibilité que des erreurs de fabrication soient survenues.

Les caractéristiques diélectriques liées à la fréquence d'un mélange stochastique de deux matériaux avec des propriétés considérablement différentes ont été étudiées expérimentalement.

Dans le domaine temporel, la conductivité augmente de façon semblable à la constante diélectrique exprimée dans le domaine fréquentiel.

Aucune des formules des modèles de mélange existantes ne convient pour donner une très bonne concordance pour la permittivité réelle et imaginaire des constantes diélectriques.

En outre, la permittivité complexe a montré une dépendance à la taille des grains de renfort ce qui n'est pas pris en considération dans les modèles trouvés dans la littérature. En utilisant un modèle en loi de puissance avec des coefficients variant entre -0,5 et 0,5, quelques accords ont été trouvés avec les résultats expérimentaux.

La constante diélectrique à basse fréquence et la conductivité électrique du composite se sont avérées très sensibles à la concentration pour les grosses particules de SiC.

L'augmentation de la conductivité, particulièrement au-dessus du seuil de percolation est fortement liée au nombre de contact de grain -à- grain pour les plus grosses particules de renfort.

RECOMMANDATIONS

Vu la nouveauté de l'application de la méthode de la spectroscopie temporelle comme technique de contrôle non destructif sur des composites polymériques, les résultats et les synthèses obtenues dans ce travail nous permettent de conclure l'efficacité de cette méthode.

Ce travail nous permet de recommander les travaux futurs à envisager utilisant l'outil de spectroscopie temporelle et fréquentielle sur les composites polymériques :

- Préparer des échantillons à partir de particules différentes à des faibles pourcentages.
- Essayer d'autres particules comme le cuivre (bon conducteur) et le germanium (semi conducteur) qui peuvent donner de bons résultats.
- On peut aussi penser à des applications originales dans les biomatériaux ou dans les appareils de mesure à haute précision.
- Possibilité de fabriquer des composites à des pourcentages de renforts variés et surtout choisir la nature des particules.
- Mise au point d'un appareil basé sur la méthode d'échelon de tension continue pour faire des mesures sur site comme au laboratoire sur les câbles de transport d'énergie, les enroulements hydro-générateurs et les enroulements des transformateurs.

ANNEXE 1

LOGICIEL

Introduction

Le logiciel [43] retenu est un logiciel de programmation graphique qui s'appelle LabVIEW sous l'abréviation de « Laboratory Virtual Instrument Engineering Workbench ». En 1983 la société National Instrument a conçu un langage de développement pour une plate-forme MacOS, qui a été attendu 3 ans avant d'être distribuée, à partir de 1992, elle a été officiellement portée sur plate-forme Windows. De nos jours, LabVIEW est disponible sur plusieurs plates-formes telles que Windows, MacOS, HP - UX,....

Le langage LabVIEW est adaptable pour la mesure, les essais, l'automatisation des processus industriels simples ou complexes. Il est parmi les premiers environnements de langage de programmation graphique dont les codes ne sont pas des textes, mais des schémas graphiques. Les variables étant des fils permettant les liens entrées/sorties, les procédures et les fonctions sont des VI (Virtual Instrument). Ce logiciel est orienté pour le développement d'instrumentation et pour les applications industrielles couplées à des cartes d'interfaces d'entrées-sorties permettant la simulation des instruments de mesures et en même temps la génération des données numériques ou analogiques.

Fonctions de base de LabVIEW

La figure suivante explique la configuration de logiciel LabVIEW, et la combinaison entre les deux architectures software view et hardware view.

L'environnement destiné aux applications industrielles et à l'instrumentation proposé par le langage LabVIEW est formé de quatre fonctions de base qui couvrent la totalité des besoins de ce logiciel.

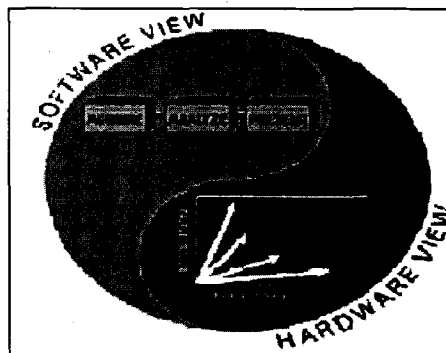


Figure 95 Configuration de logiciel LabVIEW [58]

Le tableau suivant récapitule les trois fonctions de base, acquisition, présentation et analyse des données de logiciel LabVIEW montre dans la figure ci-dessus.

Tableau XIV

Fonctions de base des LabVIEW

<i>Acquisition des données</i>	<i>Présentation des données</i>	<i>Analyse des données</i>
Contrôle d'instruction : <ul style="list-style-type: none"> - VISA standard reg regroupant - GPIB et série - NI-DAQ (acquisition continu) - Port parallèle et série - GPIB IEEE 488 	Affichage : <ul style="list-style-type: none"> - graphiques - courbes 1D, 2D, 3D,... - interface 	Traitement statistique : <ul style="list-style-type: none"> - Lissage, régression - Moyenne,
<ul style="list-style-type: none"> - Acquisitions simple : <ul style="list-style-type: none"> * VIs haut niveau * VIs de niveau intermédiaire : acquisition longue durée. * VIs bas niveau <ul style="list-style-type: none"> - Acquisitions continu * Données traité par un buffer géré par NI-DAQ Acquisition rythmée par un timer <ul style="list-style-type: none"> * Entrée/sortie umérique * Entrée/sortie analogique 	Enregistrement et stockage <ul style="list-style-type: none"> - Impression - archivage 	Traitement : <ul style="list-style-type: none"> Analyse temporelle Analyse fréquentielle Filtrage et génération des signaux

- **acquisition et restitution des données:** c'est le contrôle d'interfaçage, tel que la carte DAQ, GPIB, série..., et aussi la gestion des cartes d'interface numérique/analogique, entrée/sortie, ainsi que la commande des machines, et l'imagerie.
- **analyse et traitement des données:** destinées pour faire les traitements de données statistiques tel que le lissage, régression, moyenne,...ou aussi le filtrage, la génération...pour les signaux.
- **affichage et stockage des informations:** cette fonction permettant l'archivage des données et l'impression ou l'affichage des courbes et des graphes 1D, 2D, 3D.
- **Échange des données:** cas de gestion des réseaux Internet ou intranet (TCP/IP, série, ...).

Avantage et inconvénients

LabVIEW est avantageux par rapport aux autres langages de programmation au niveau de compilation, d'une part du au faite qu'il n'a pas de faute de frappe ou de syntaxe, et d'autre part du au fait qu'il ne possède pas des variables inutiles (0 entrées). Mais est limité au niveau de la récursivité. De plus, le développeur ne peut pas définir des pointeurs ni des vrais objets.

Fonctionnement de LabVIEW

Tous les programmes ou applications conçus avec LabVIEW sont des instruments virtuels et s'appellent souvent des « VI ». Ils se composent de deux éléments, l'une s'appelle code source de la VI, c'est le programme sous forme des « diagrammes », là où le programmeur peut effectuer les traitements sur les entrées/sorties, créées dans l'autre partie qui s'appelle interface utilisateur ou « Face avant » de la VI, sur laquelle les données fournies en sortie par le programme seront affichées et aussi les données acquises seront enregistrées.

La figure 2 montre l'ouverture d'une nouvelle VI ou bien d'un VI existant et aussi la construction d'un VI pour instrumentation ainsi que les applications existantes et le menu d'aide.

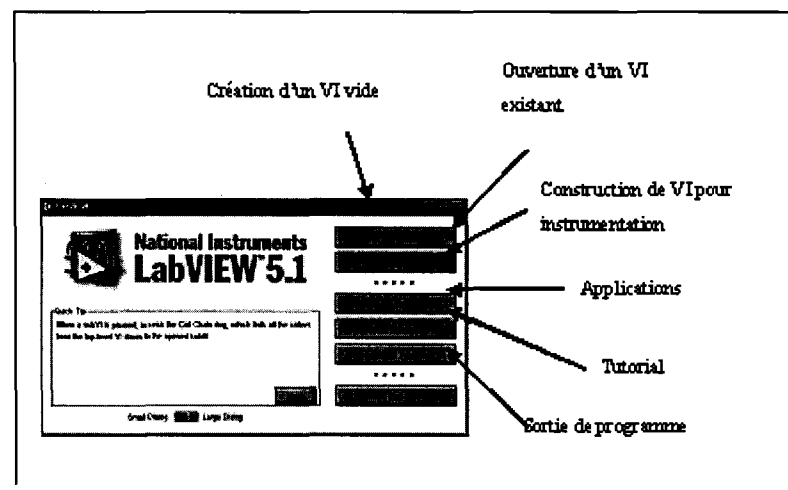


Figure 96 Démarrage de logiciel LabVIEW

Toute application développée sous l'environnement LabVIEW sont appelées instrument virtuel qui se compose par deux parties liées entre elles, l'une est l'interface utilisateur qui

est le face avant sur lequel l'utilisateur peut demarrer des essais ou changer des parametres physique et l'autre c'est le code source qui contient le le programme.

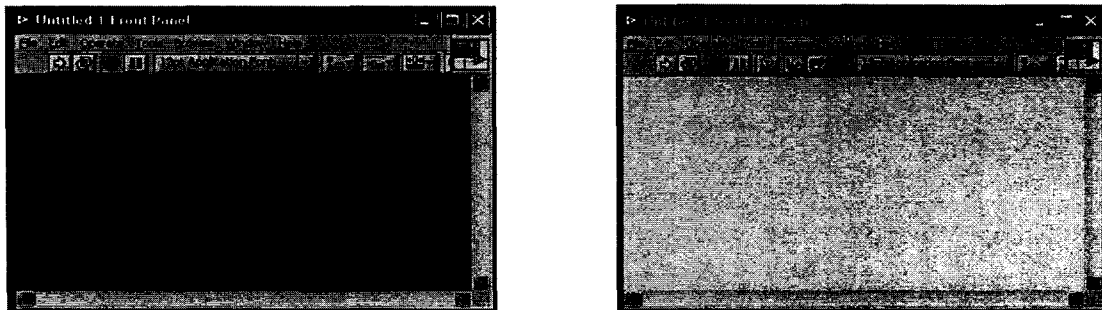


Figure 97 Interface utilisateurs (Face avant) et code source de VI (Diagramme)

Les fonctions de base sous l'environnement LabVIEW se trouvent dans un fichiers qui s'appelle « Fonctions » et qui contient tout les blocs de commande et les boucles nécessaire pour réaliser un programme et le fichier qui s'appelle « Palette » contient les fils de liaison, les couleurs...

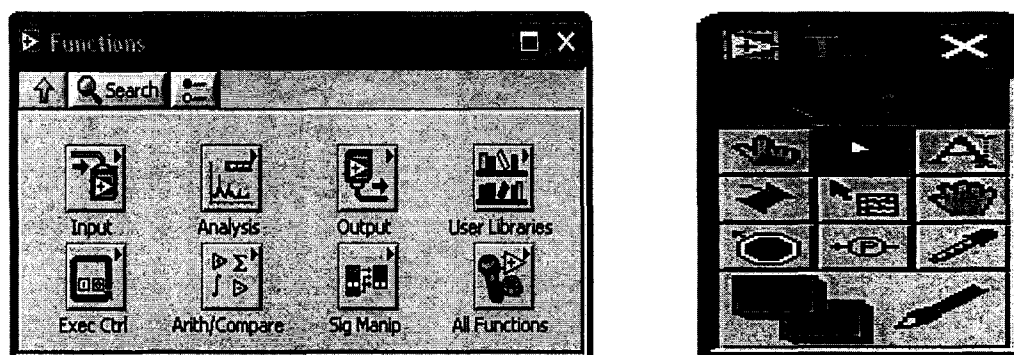


Figure 98 Palettes des fonctions et des outils

Domaine d'application de LabVIEW

Le domaine d'application de l'environnement LabVIEW est très varié au niveau industriel et ses utilisations dues à ses avantages et sa simplicité par rapport aux autres types de langages de programmation, on peut citer dans ce sujet quelques applications industrielles récentes [43] :

- système d'acquisition de mesures dans le domaine aéronautique
- système de surveillance des réseaux électrique
- système de freinage pour les wagons de fret
- système de contrôle et d'identification des variabilités des paramètres dans une chaîne de production agroalimentaire
- analyse de la parole pour l'identification des locuteurs dans les expertises judiciaires
- pilotage des machines électromécaniques (fraisage, usinage, ...)
- tests de téléphones sans fil
- régulation des grandeurs physico-chimiques dans l'industrie pharmaceutique
- Système de formation de sécurité aérienne

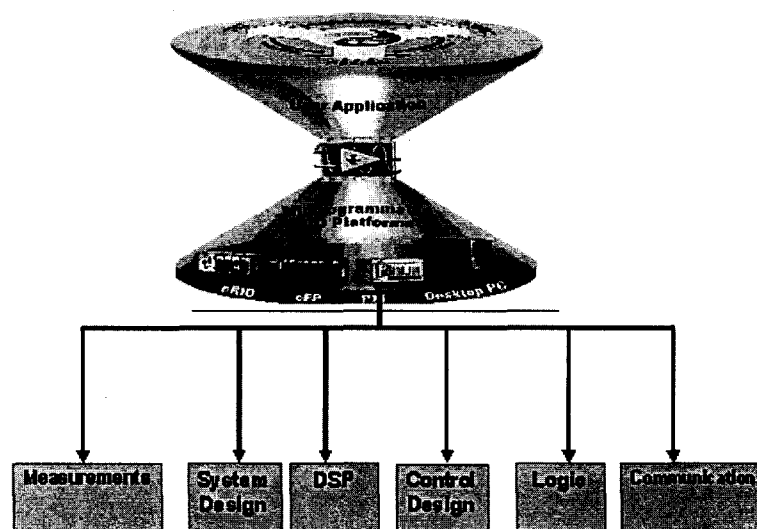


Figure 99 Domaine d'application de LabVIEW [58]

Dans le cadre de mesures, les cartes permettent de convertir des signaux électriques (provenant de capteurs mesurant des grandeurs physiques) en données numériques. Ainsi, un seul ordinateur muni d'une carte d'acquisition analogique et de LabVIEW est capable de remplacer un voltmètre, un fréquencemètre ou un oscilloscope. De plus, on pourra traiter, analyser et archiver sur disque automatiquement les mesures effectuées. Dans notre cas il est utilisé plus particulièrement pour la lecture du courant de polarisation et de dépolarisation.

Les figures suivantes décrivent les différentes étapes de programmation de logiciel LabVIEW pour la spectroscopie temporelle.

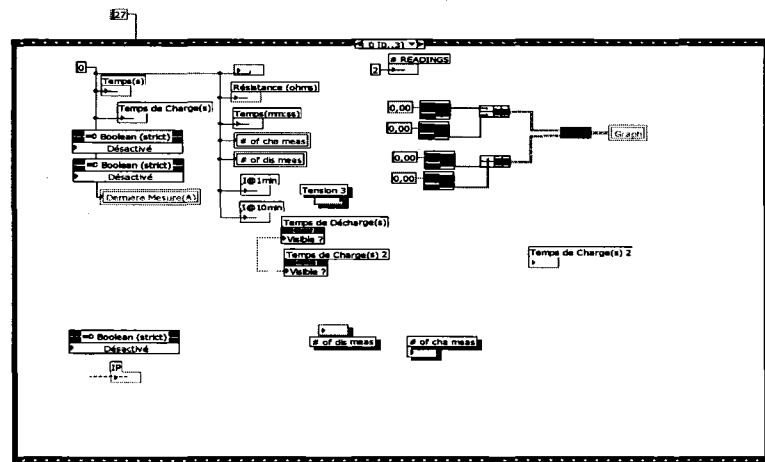


Figure 100 Code source

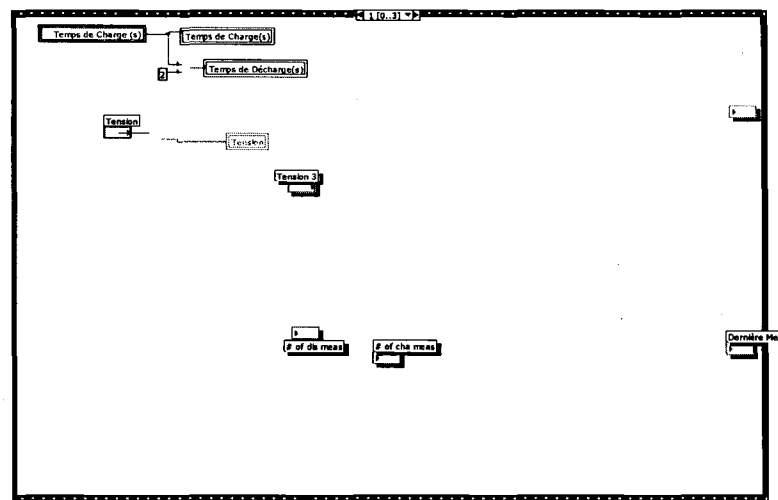


Figure 101 Variable Global

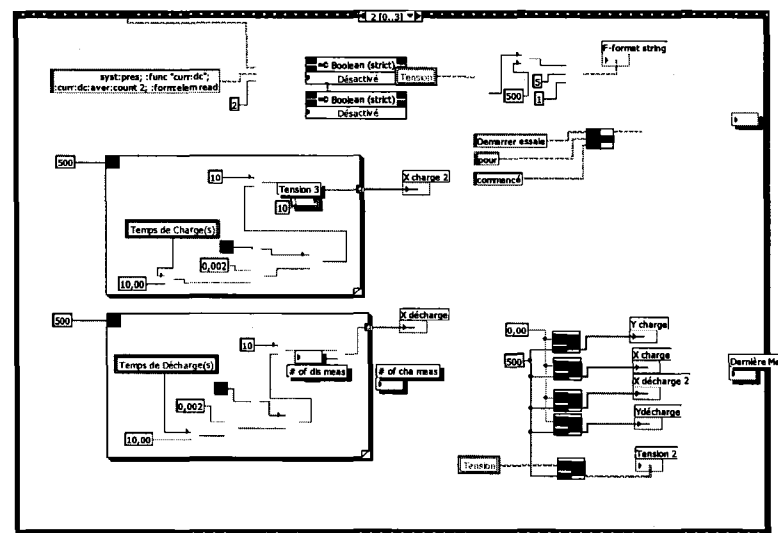


Figure 102 Variation des paramètres graphique

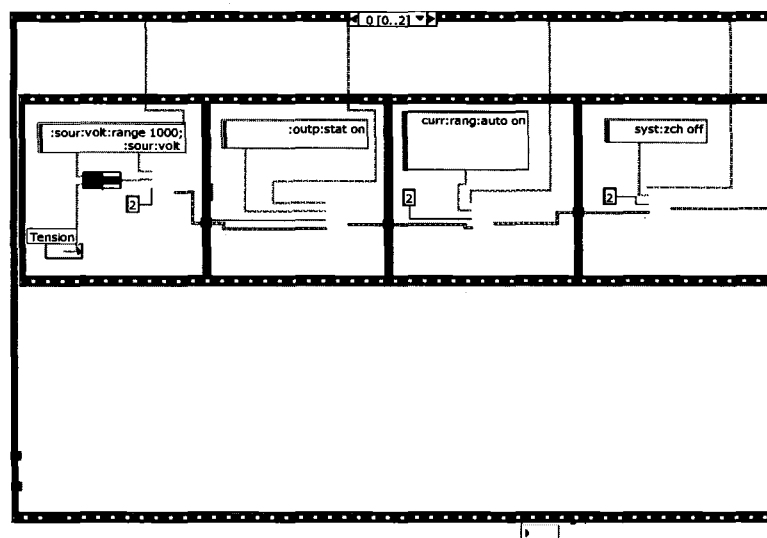


Figure 103 Commande de l'électromètre

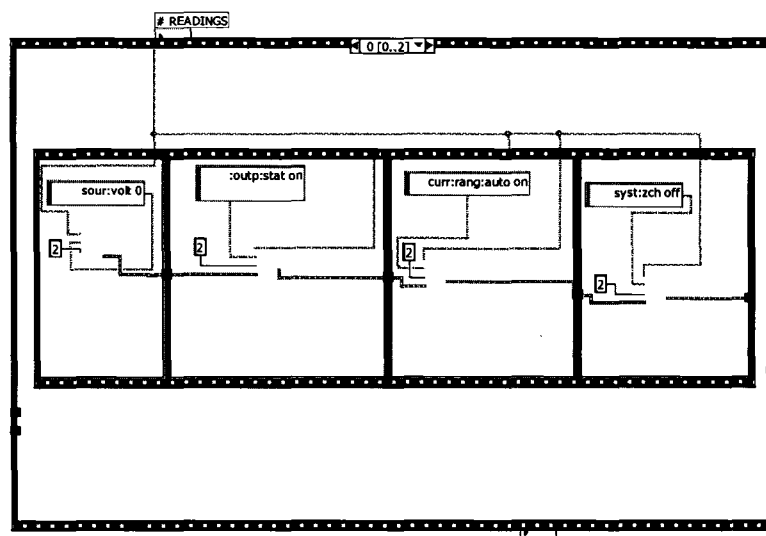


Figure 104 Ordre de court-circuit de source de l'électromètre

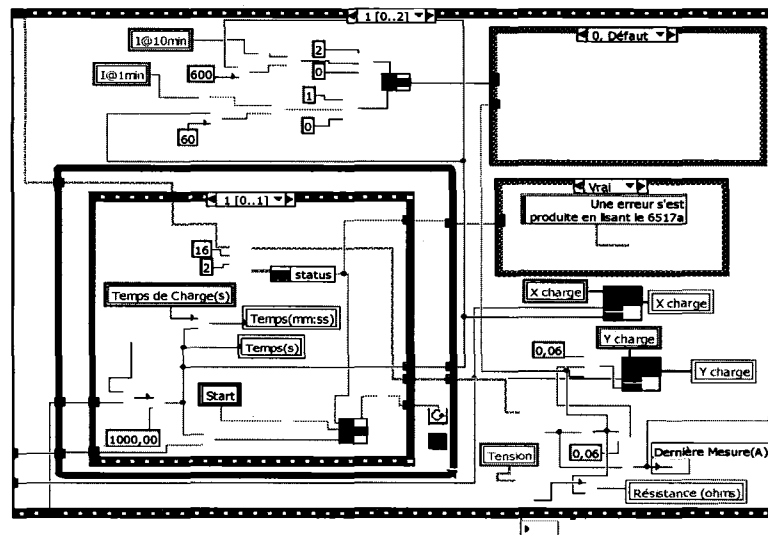


Figure 105 Variation de courant de charge

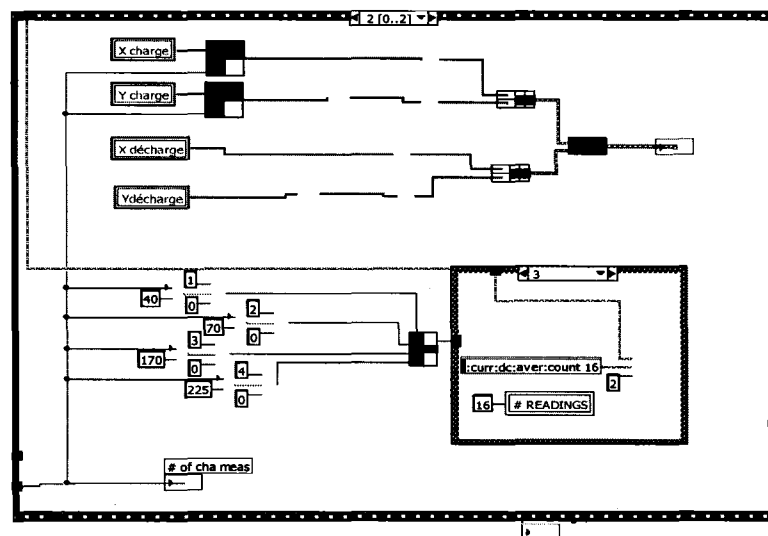


Figure 106 Changement d'échelle de charge

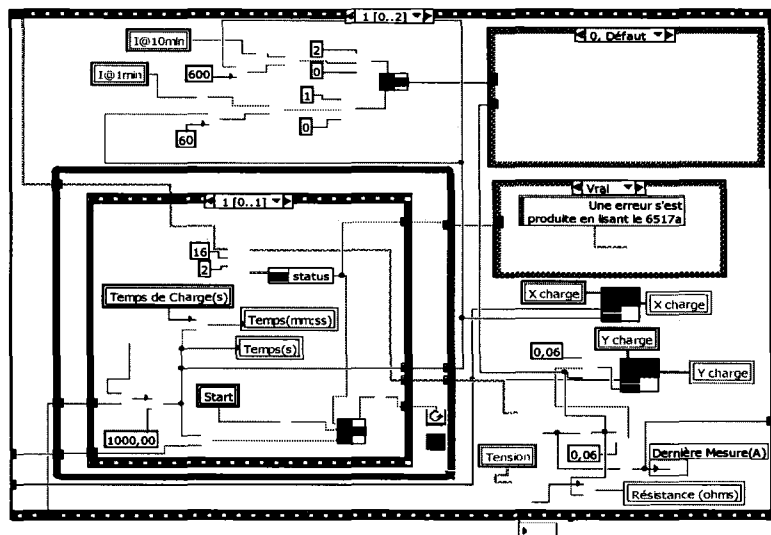


Figure 107 Variation de courant de décharge

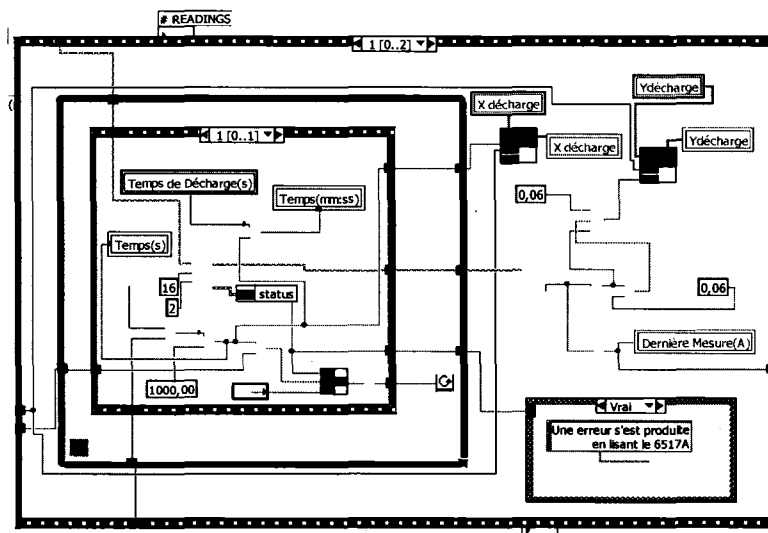


Figure 108 Acquisition des données de décharge

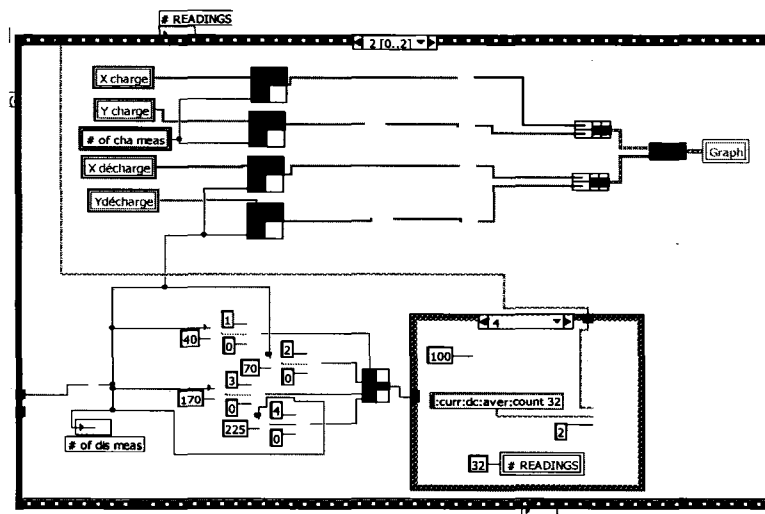
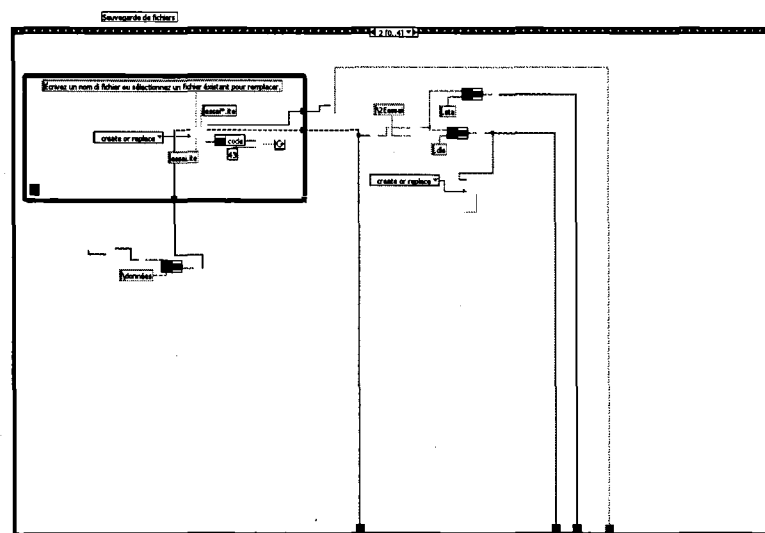


Figure 109 Changement d'échelle de décharge



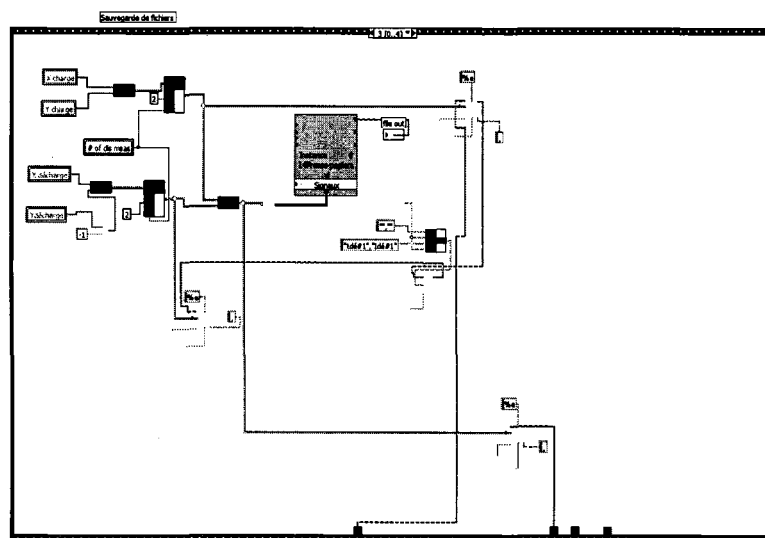


Figure 111 Fichier d'enregistrement des données

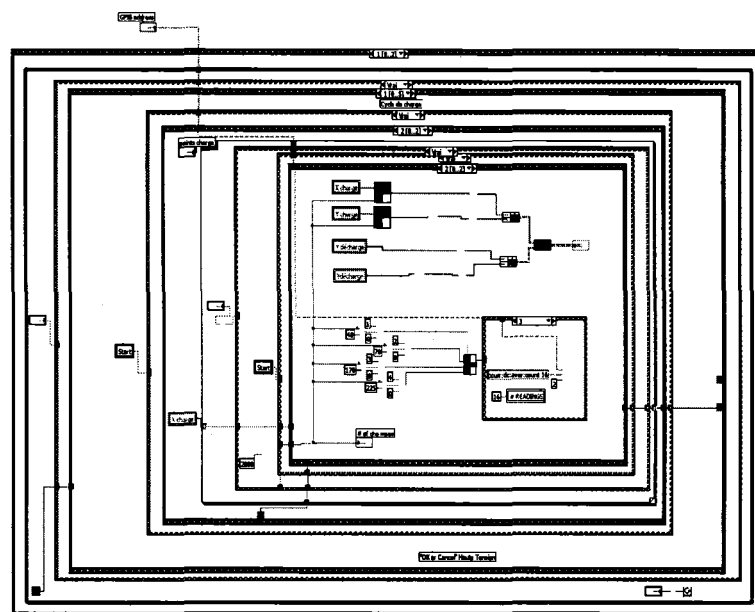


Figure 112 Programme globale de logiciel

Exemple de fichier de sauvegarde « x.ite »

```

"Essai TDS"
"Type d'échantillon:"," Epox'SIC
"Annee:","2005"
"Phase:","essai de Labo"
"Tension:",25
"Fabricant:","Pirelli"
"Date de l'essai:","2005-05-14
"Type d'isolant:","TDS-DC"
"Capacite (uF):",0.00011
"Temps de charge"2000, 1000,0
"Resistance série:",10
"Température:",23
"HR(%)":","30%"
"Operateur:","Dabbagui"
"Commentaires:",Epoxy-SIC-50microns-240Grit-10%
"Nombre de niveaux de tension:",1
"Tension#1",1000
"" , ""
"tch#1","Ich#1"
8.540000E-1,7.377200E-10
2.025000E+0,4.043600E-10
"" , ""
"tdé#1","Idé#1"
1.110000E-1,-1.943690E-9
1.047000E+0,-1.550730E-11

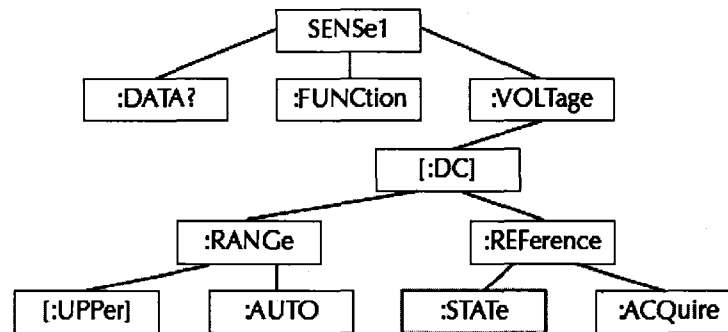
```

ANNEXE 2

KEITHLEY - 6517A

Exemple de commande

Exemple hiérarchique de commande de Keithley 6517A:



: SENS : VOLT : [: DC] : RANG : AUTO

: SENS : DATA?

...

Quelques principales commandes

- IDN? : Identification de l'électromètre (numéro de modèle, numéro de série...)
- CLC : Effacer toutes les erreurs et les événements dans le registre
- RST : Effacer la commande.
- OPC : Commande d'une opération complète
- ESR : Lire et effacer l'événement de statut de registre standard
- WAI : attendre pour continuer la commande

...

Mode d'affichage

Les figures suivantes montrent quelques modes d'affichage de l'électromètre 6517A

- affichage de l'heure, le jour et la date



- Bar graphique : représente approximativement 4% de limite des range



- Affichage de Maximum et minimum



Montage utilisé pour l'essai TDS :

La figure 113 décrit le montage a utilisé pour les essais des mesures dans le domaine temporel en utilisant l'électromètre 6517A comme générateur de tension et ampèremètre en même temps.

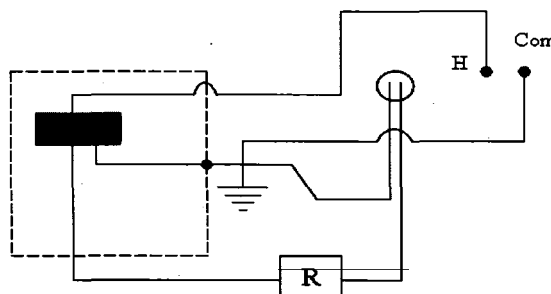


Figure 113 Mesure TDS avec Kethley 6517A

ANNEXE 3

RÉSULTATS DES MESURES

Domaine temporel

Époxy –SiC 9 microns-1000 Grit

Époxy avec des particules de SiC de grosseur 9microns-1000Grit et de pourcentage volumique de particule de 5% :

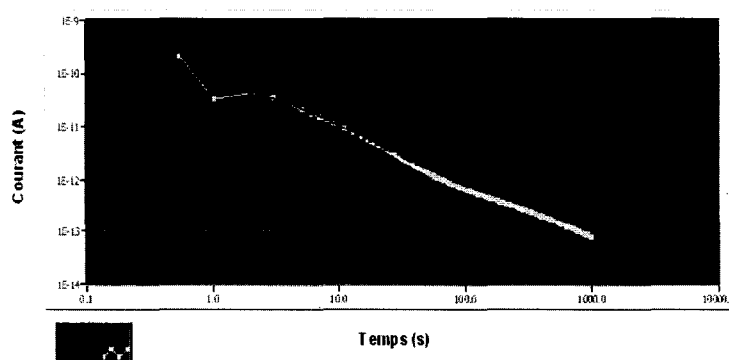


Figure 114 Mesure de courant de charge et décharge (cas de SiC -1000Grit-5%)

Époxy avec des particules de SiC de grosseur 9microns-1000Grit et de pourcentage volumique de particule de 10% :

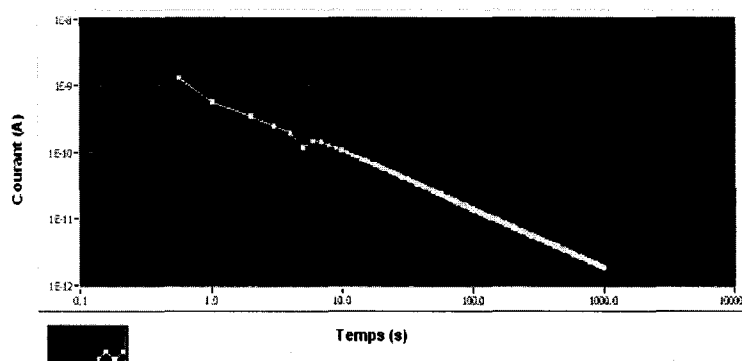


Figure 115 Mesure de courant de charge et décharge (cas de SiC -1000Grit -10%)

Époxy avec des particules de SIC de grosseur 9microns-1000Grit et de pourcentage volumique de particule de 15%:

Les sauts 1, 2 dans les courbes sont dues à des changements d'échelles.

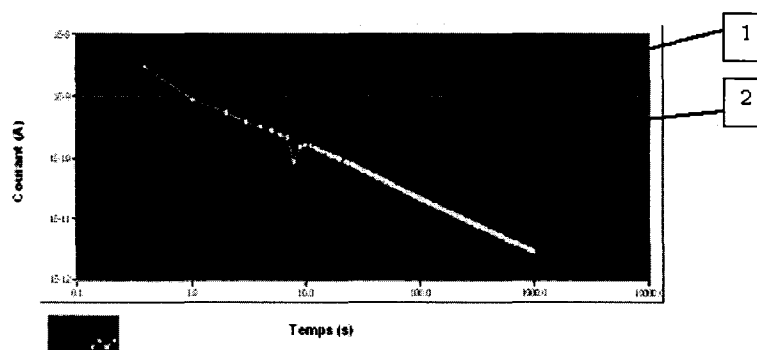


Figure 116 Mesure de courant de charge et décharge (cas de SIC -1000Grit-15%)

Époxy avec des particules de SIC de grosseur 9microns-1000Grit et de pourcentage volumique de particule de 20% :

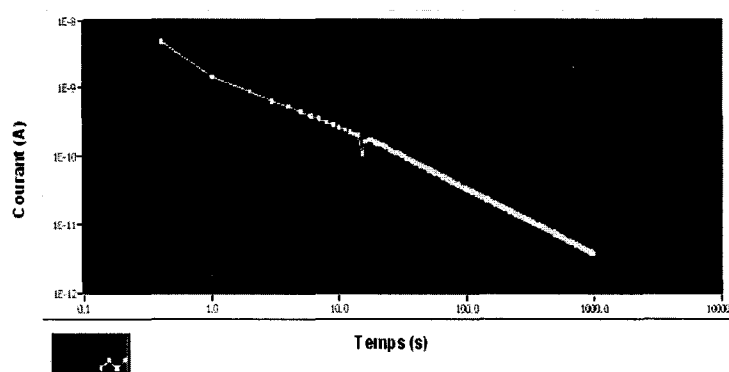


Figure 117 Mesure de courant de charge et décharge (cas de SIC -1000Grit-20%)

Époxy avec des particules de SIC de grosseur 9microns-1000Grit et de pourcentage volumique de particule de 25% :

Ce saut est dû au changement d'échelle

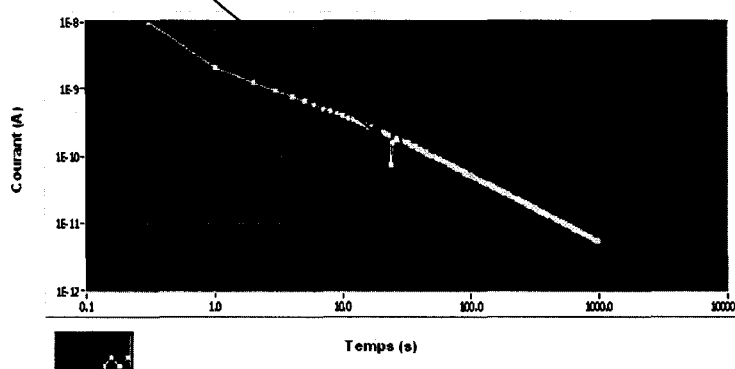


Figure 118 Mesure de courant de charge et décharge (cas de SIC -1000Grit-25%)

Époxy avec des particules de SIC de grosseur 9microns-1000Grit et de pourcentage volumique de particule de 40% :

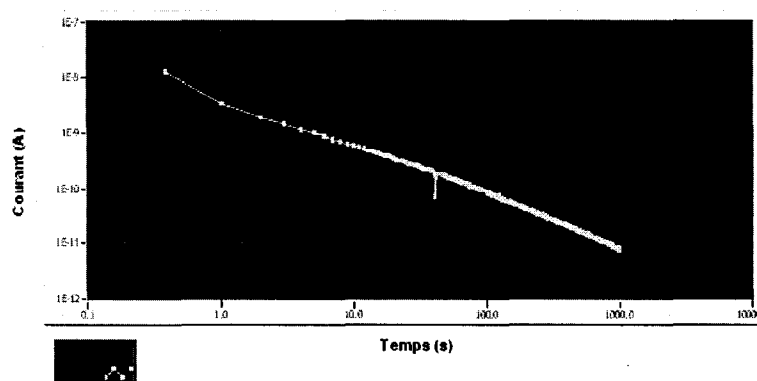


Figure 119 Mesure de courant de charge et décharge (cas de SIC -1000Grit-40%)

Époxy -SiC 22 microns-400 Grit

Époxy avec des particules de SiC de grosseur 22microns-400Grit et de pourcentage volumique de particule de 5% :

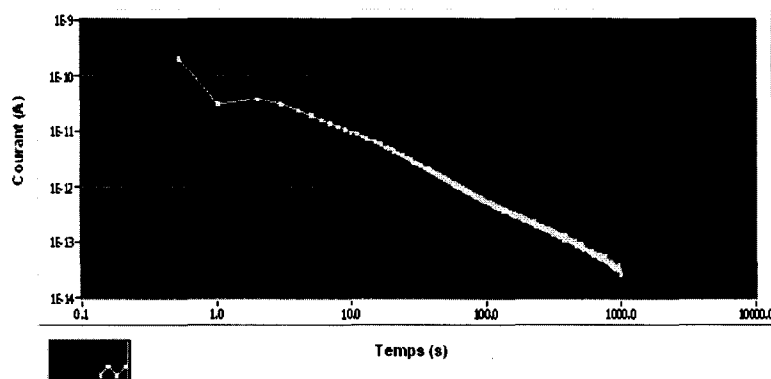


Figure 120 Mesure de courant de charge et décharge (cas de SiC -400Grit-5%)

Époxy avec des particules de SiC de grosseur 22microns-400Grit et de pourcentage volumique de particule de 10% :

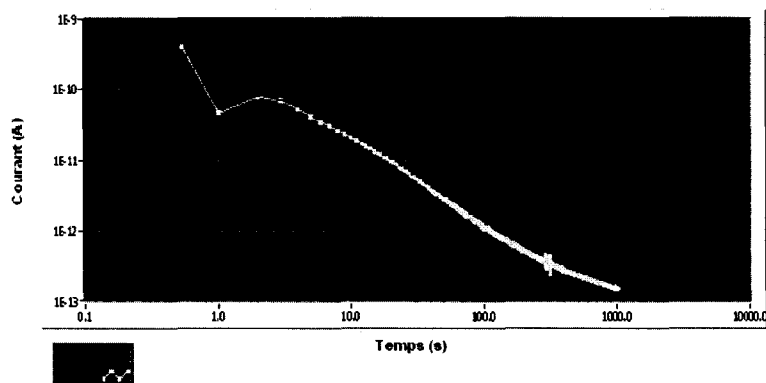


Figure 121 Mesure de courant de charge et décharge (cas de SiC -400Grit-10%)

Époxy avec des particules de SIC de grosseur 22microns-400Grit et de pourcentage volumique de particule de 15% :

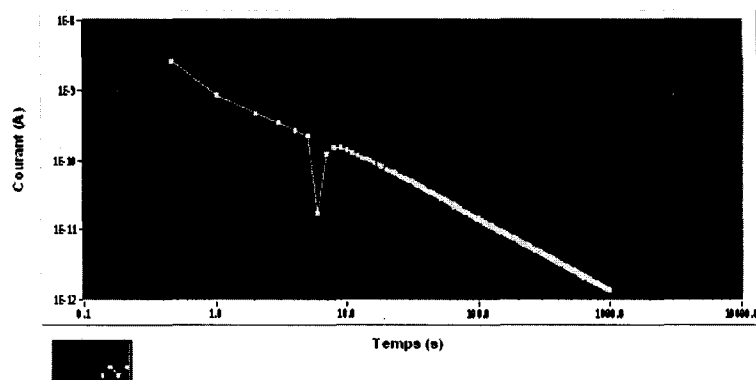


Figure 122 Mesure de courant de charge et décharge (cas de SIC -400Grit-15%)

Époxy avec des particules de SIC de grosseur 22microns-400Grit et de pourcentage volumique de particule de 20% :

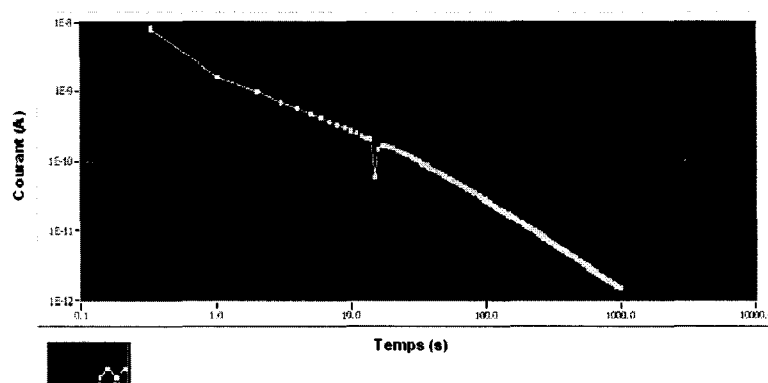


Figure 123 Mesure de courant de charge et décharge (cas de SIC -400Grit-20%)

Époxy avec des particules de SIC de grosseur 22microns-400Grit et de pourcentage volumique de particule de 25% :

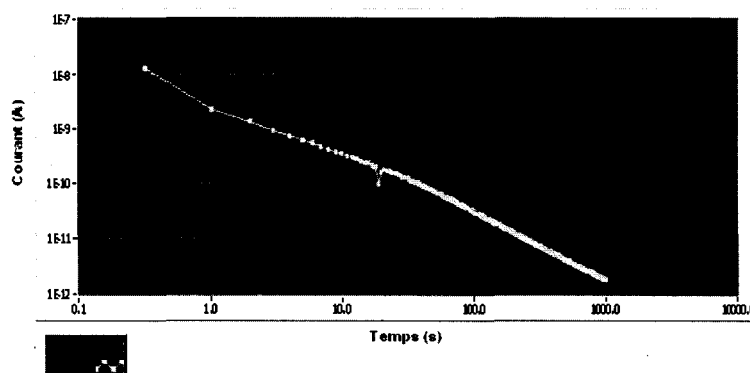


Figure 124 Mesure de courant de charge et décharge (cas de SIC -400Grit-25%)

Époxy avec des particules de SIC de grosseur 22microns-400Grit et de pourcentage volumique de particule de 40% :

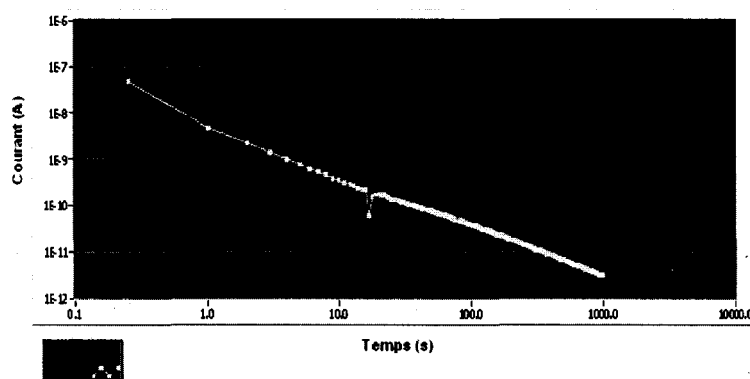


Figure 125 Mesure de courant de charge et décharge (cas de SIC -400Grit-40%)

Époxy –SiC 30 microns-320 Grit

Époxy avec des particules de SiC de grosseur 30microns-320Grit et de pourcentage volumique de particule de 5% :

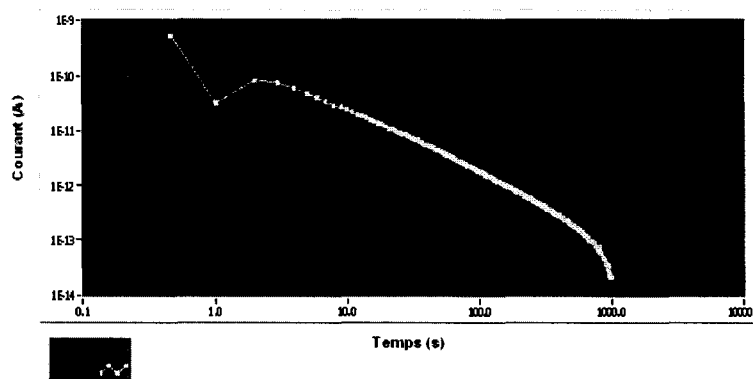


Figure 126 Mesure de courant de charge et décharge (cas de SiC -320Grit-5%)

Époxy avec des particules de SiC de grosseur 30microns-320Grit et de pourcentage volumique de particule de 10% :

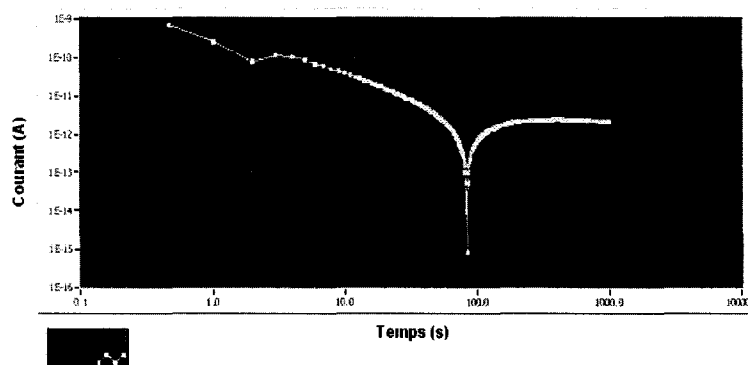


Figure 127 Mesure de courant de charge et décharge (cas de SiC -320Grit-10%)

Époxy avec des particules de SIC de grosseur 30microns-320Grit et de pourcentage volumique de particule de 15% :

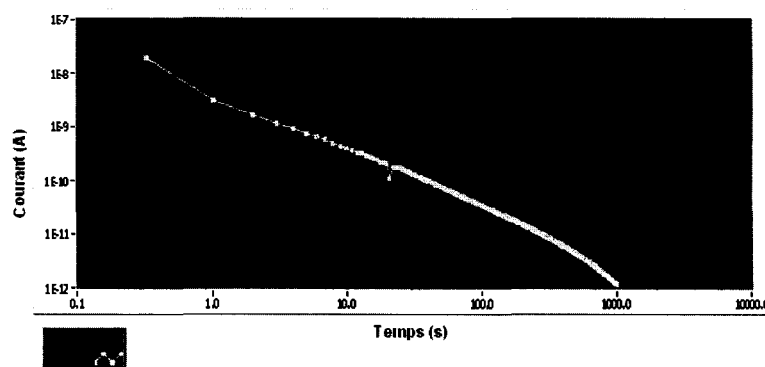


Figure 128 Mesure de courant de charge et décharge (cas de SIC -320Grit-15%)

Époxy avec des particules de SIC de grosseur 30microns-320Grit et de pourcentage volumique de particule de 20% :

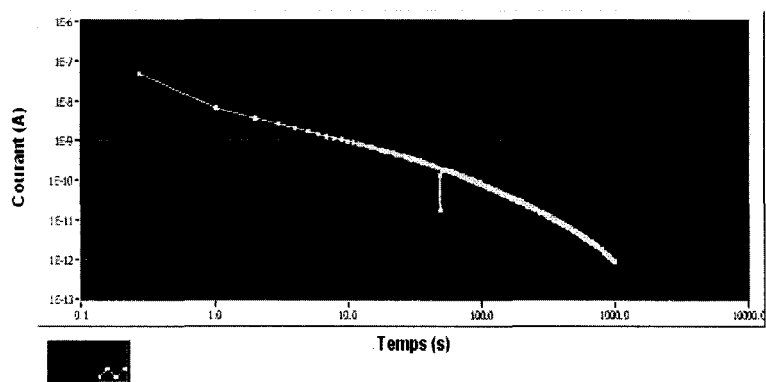


Figure 129 Mesure de courant de charge et décharge (cas de SIC -320Grit-20%)

Époxy avec des particules de SIC de grosseur 30microns-320Grit et de pourcentage volumique de particule de 25% :

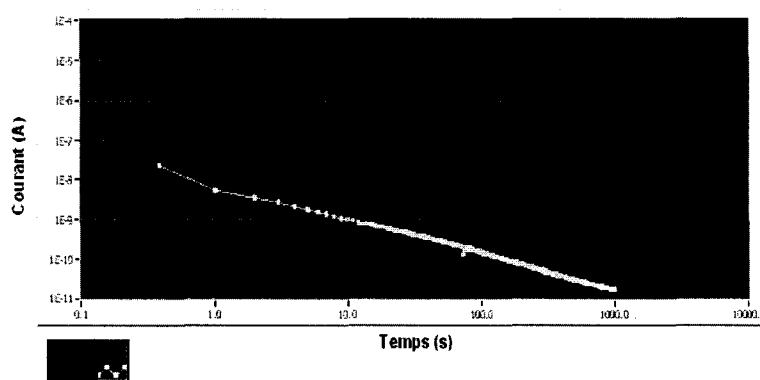


Figure 130 Mesure de courant de charge et décharge (cas de SIC -320Grit-25%)

Époxy avec des particules de SIC de grosseur 30microns-320Grit et de pourcentage volumique de particule de 40% :

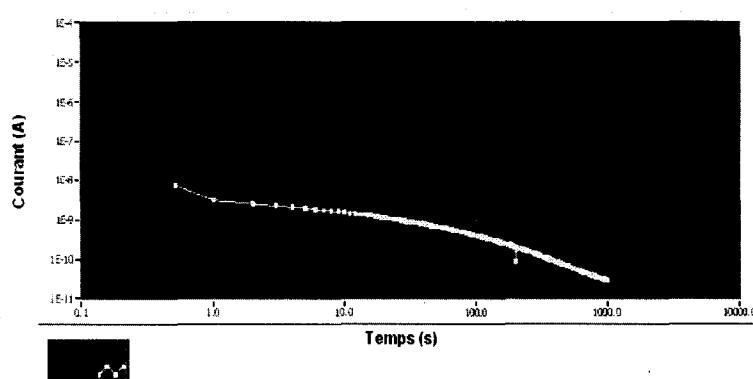


Figure 131 Mesure de courant de charge et décharge (cas de SIC -320Grit-40%)

Époxy –SiC 50 microns-240 Grit

Époxy avec des particules de SiC de grosseur 50 microns-240 Grit et de pourcentage volumique de particule de 5% :

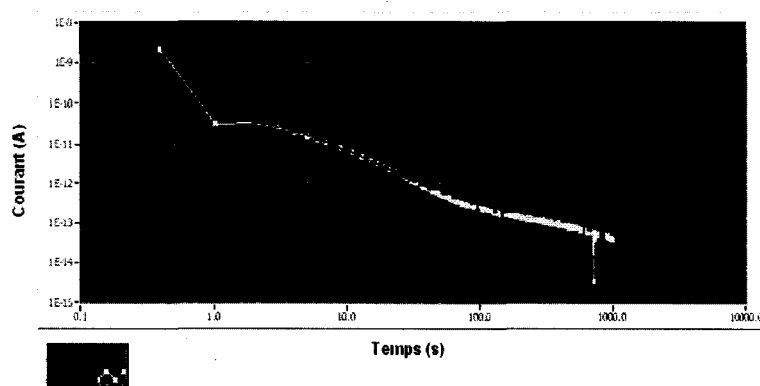


Figure 132 Mesure de courant de charge et décharge (cas de SiC -240Grit-5%)

Époxy avec des particules de SiC de grosseur 50 microns-240 Grit et de pourcentage volumique de particule de 10% :

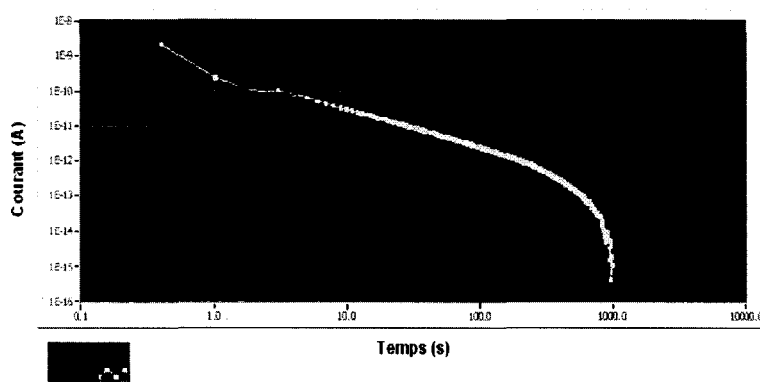


Figure 133 Mesure de courant de charge et décharge (cas de SiC -240Grit-10%)

Époxy avec des particules de SIC de grosseur 50 microns-240 Grit et de pourcentage volumique de particule de 15% :

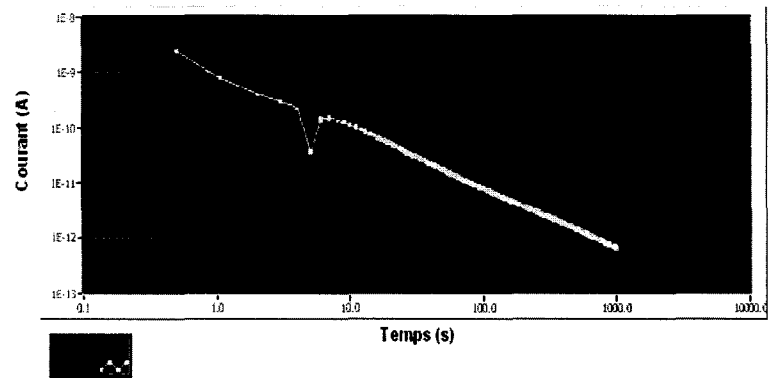


Figure 134 Mesure de courant de charge et décharge (cas de SIC -240Grit-15%)

Époxy avec des particules de SIC de grosseur 50 microns-240 Grit et de pourcentage volumique de particule de 20% :

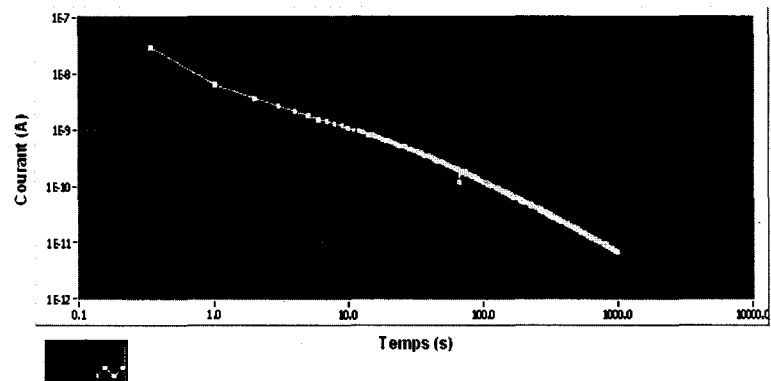


Figure 135 Mesure de courant de charge et décharge (cas de SIC -240Grit-20%)

Époxy avec des particules de SIC de grosseur 50 microns-240 Grit et de pourcentage volumique de particule de 25% :

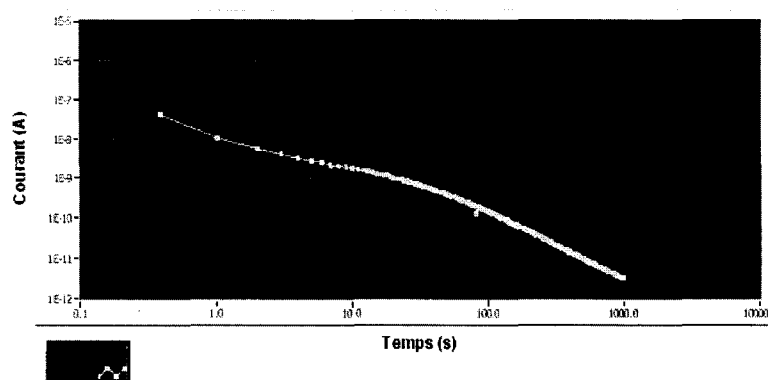


Figure 136 Mesure de courant de charge et décharge (cas de SIC -240Grit-25%)

Époxy avec des particules de SIC de grosseur 50 microns-240 Grit et de pourcentage volumique de particule de 40% :

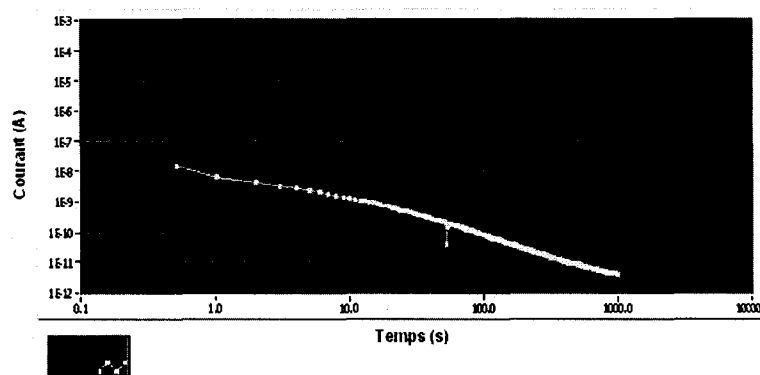


Figure 137 Mesure de courant de charge et décharge (cas de SIC -240Grit-40%)

Époxy –Alumine 9microns-1000Grit

Époxy avec des particules d'Alumine de grosseur 9microns-1000Grit et de pourcentage volumique de particule de 5% :

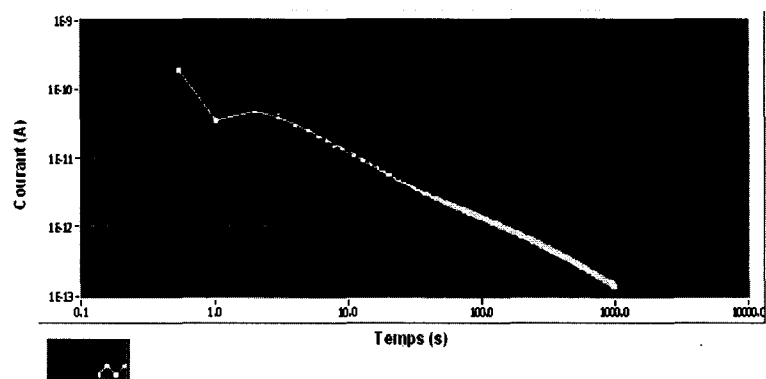


Figure 138 Mesure de courant de charge et décharge (cas d'Alumine -1000Grit -5%)

Époxy avec des particules d'Alumine de grosseur 9microns-1000Grit et de pourcentage volumique de particule de 10% :

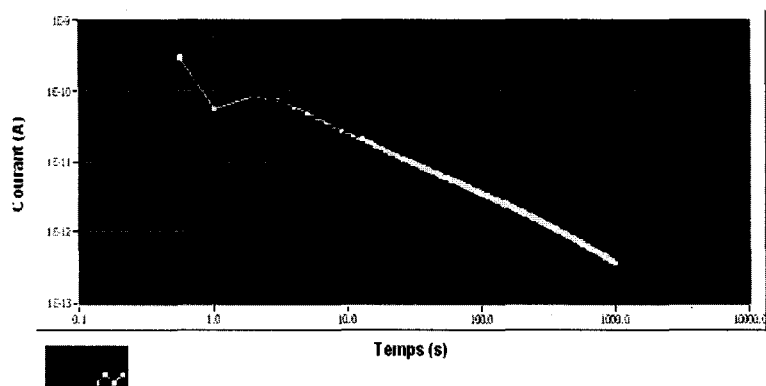


Figure 139 Mesure de courant de charge et décharge (Alumine -1000Grit -10%)

Époxy avec des particules d'Alumine de grosseur 9microns-1000Grit et de pourcentage volumique de particule de 15% :

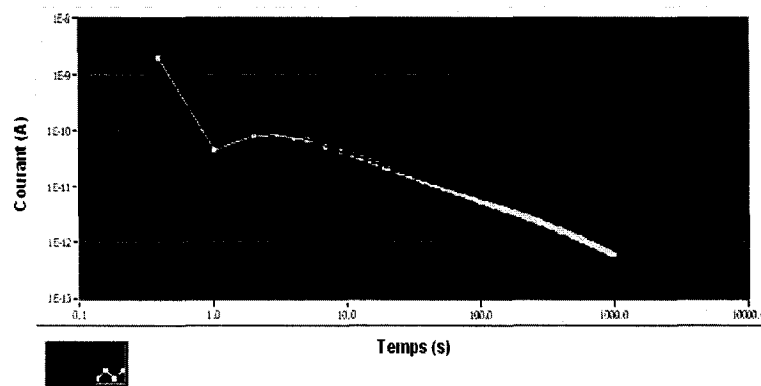


Figure 140 Mesure de courant de charge et décharge (Alumine -1000Grit -15%)

Époxy avec des particules d'Alumine de grosseur 9microns-1000Grit et de pourcentage volumique de particule de 20%

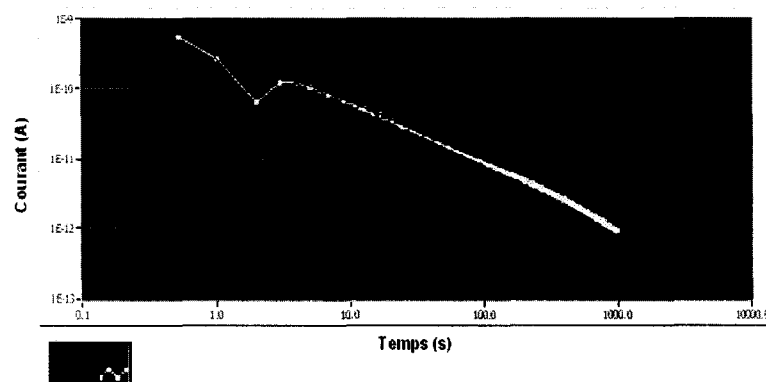


Figure 141 Mesure de courant de charge et décharge (Alumine -1000Grit -20%)

Époxy avec des particules d'Alumine de grosseur 9microns-1000Grit et de pourcentage volumique de particule de 25% :

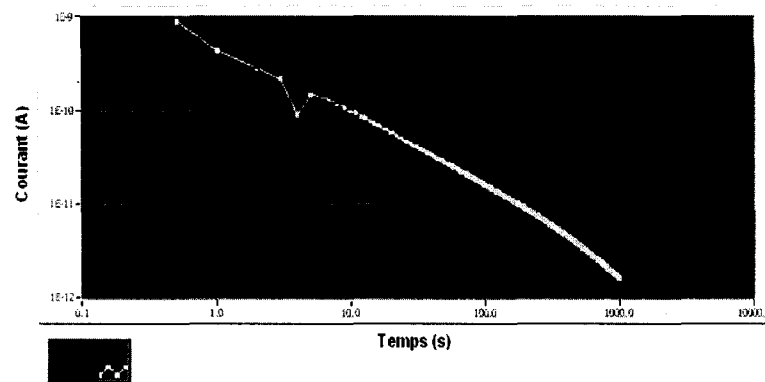


Figure 142 Mesure de courant de charge et décharge (Alumine -1000Grit -25%)

Époxy avec des particules d'Alumine de grosseur 9microns-1000Grit et de pourcentage volumique de particule de 40% :

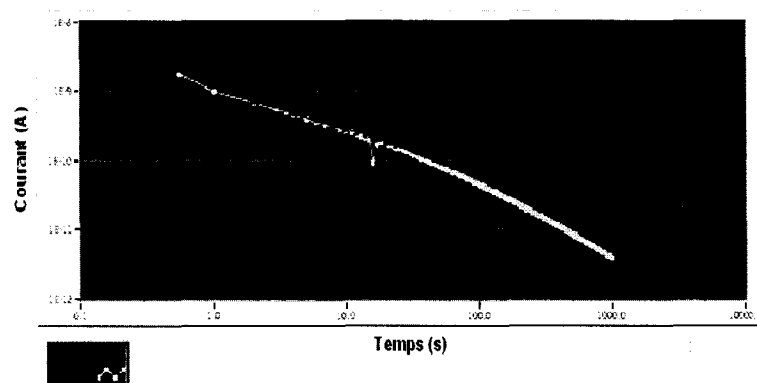


Figure 143 Mesure de courant de charge et décharge (Alumine -1000Grit -40%)

Époxy –Alumine 22microns-400Grit

Époxy avec des particules d'Alumine de grosseur 22microns-400Grit et de pourcentage volumique de particule de 5% :

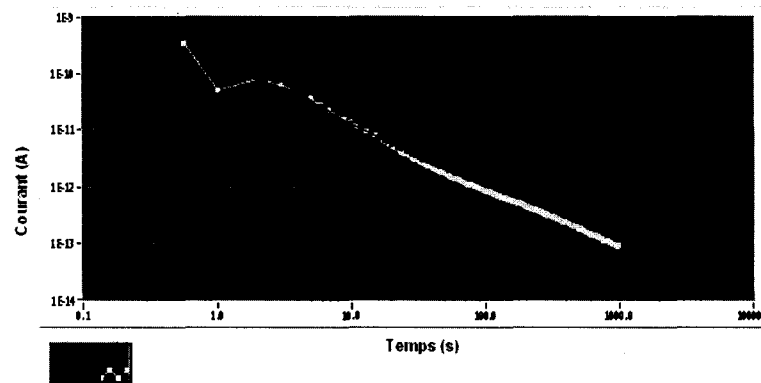


Figure 144 Mesure de courant de charge et décharge (Alumine -400Grit -5%)

Époxy avec des particules d'Alumine de grosseur 22microns-400Grit et de pourcentage volumique de particule de 10% :

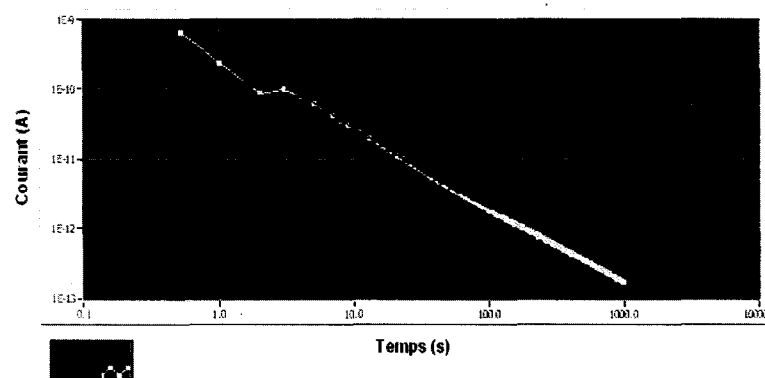


Figure 145 Mesure de courant de charge et décharge (Alumine -400Grit -10%)

Époxy avec des particules d'Alumine de grosseur 22microns-400Grit et de pourcentage volumique de particule de 15% :

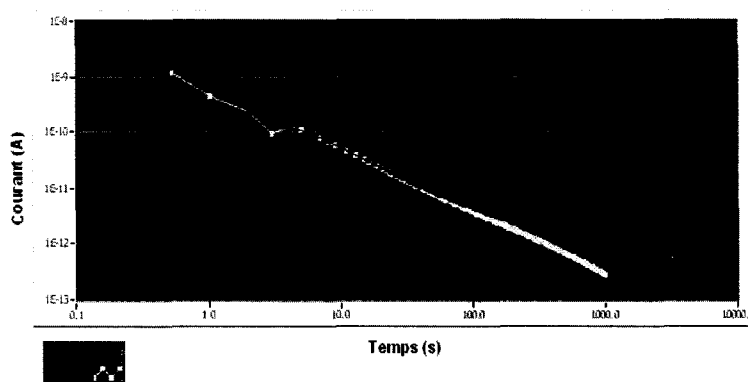


Figure 146 Mesure de courant de charge et décharge (Alumine -400Grit -15%)

Époxy avec des particules d'Alumine de grosseur 22microns-400Grit et de pourcentage volumique de particule de 20% :

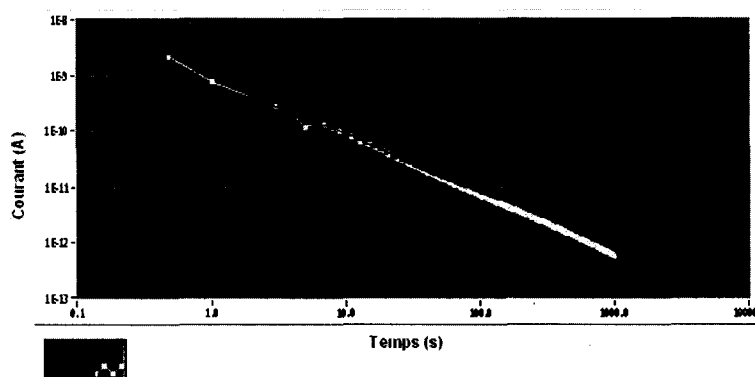


Figure 147 Mesure de courant de charge et décharge (Alumine -400Grit -20%)

Époxy avec des particules d'Alumine de grosseur 22microns-400Grit et de pourcentage volumique de particule de 25% :

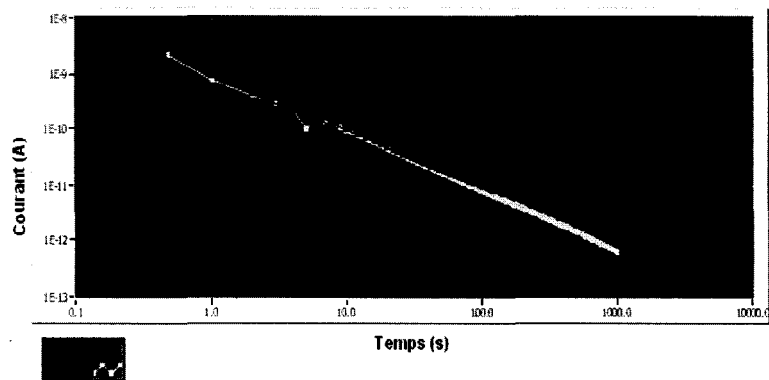


Figure 148 Mesure de courant de charge et décharge (Alumine -400Grit -25%)

Époxy avec des particules d'Alumine de grosseur 22microns-400Grit et de pourcentage volumique de particule de 40 %

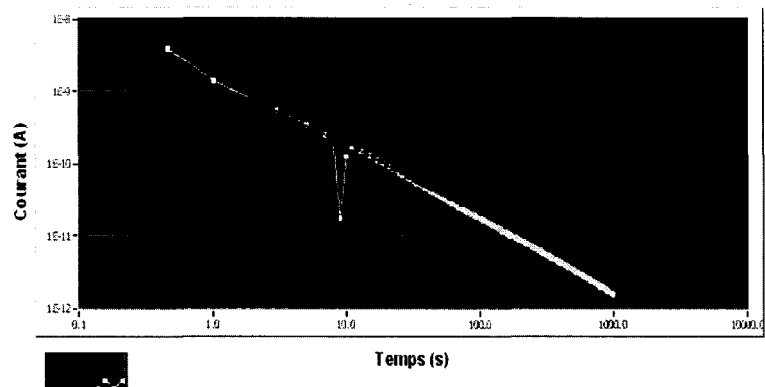


Figure 149 Mesure de courant de charge et décharge (Alumine -400Grit -40%)

Époxy –Alumine 50microns-240Grit

Époxy avec des particules d'Alumine de grosseur 50microns-240Grit et de pourcentage volumique de particule de 5% :

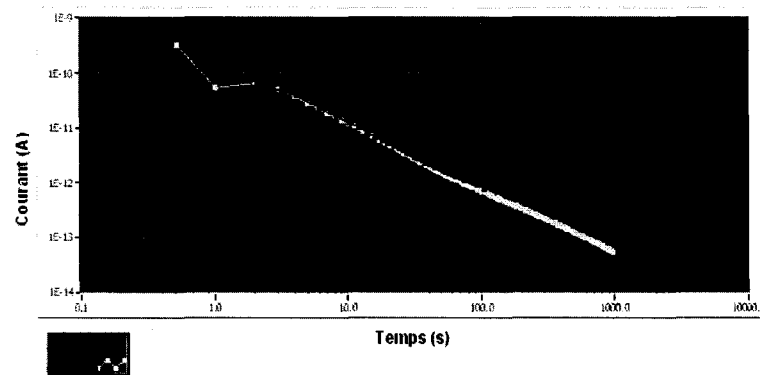


Figure 150 Mesure de courant de charge et décharge (Alumine -240Grit -5%)

Époxy avec des particules d'Alumine de grosseur 50microns-240Grit et de pourcentage volumique de particule de 10% :

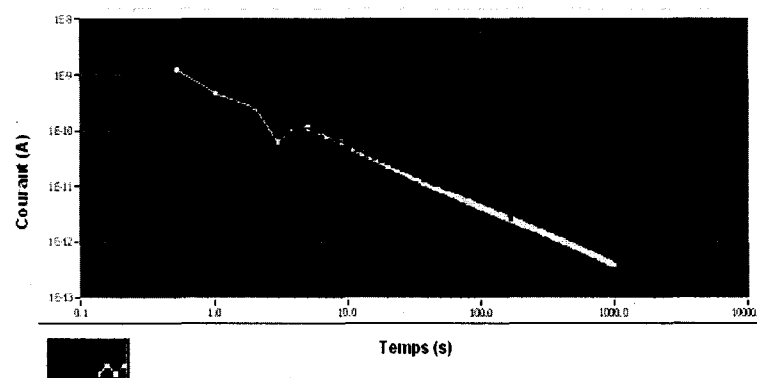


Figure 151 Mesure de courant de charge et décharge (Alumine -240Grit -10%)

Époxy avec des particules d'Alumine de grosseur 50microns-240Grit et de pourcentage volumique de particule de 15% :

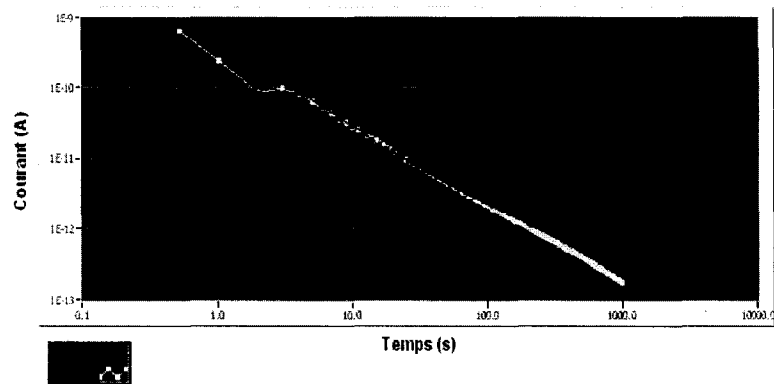


Figure 152 Mesure de courant de charge et décharge (Alumine -240Grit -15%)

Époxy avec des particules d'Alumine de grosseur 50microns-240Grit et de pourcentage volumique de particule de 20% :

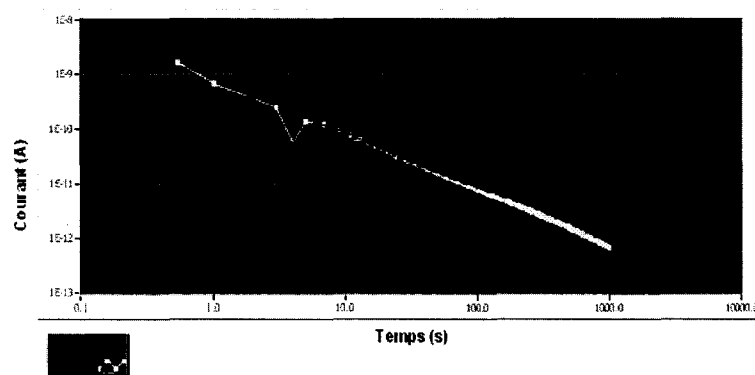


Figure 153 Mesure de courant de charge et décharge (Alumine -240Grit -20%)

Époxy avec des particules d'Alumine de grosseur 50microns-240Grit et de pourcentage volumique de particule de 25% :

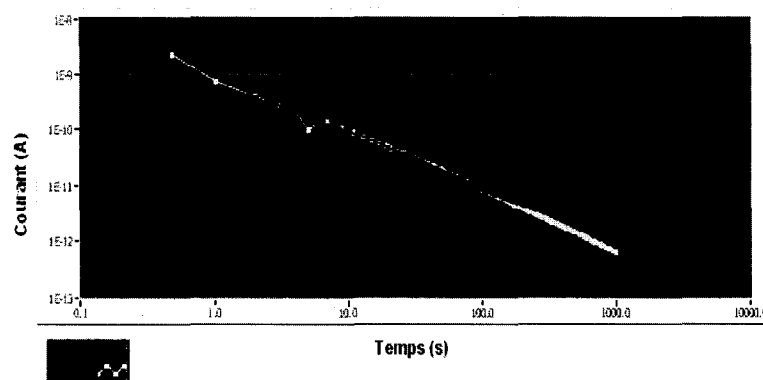


Figure 154 Mesure de courant de charge et décharge (cas d'Alumine -240Grit -25%)

Époxy avec des particules d'Alumine de grosseur 50microns-240Grit et de pourcentage volumique de particule de 40% :

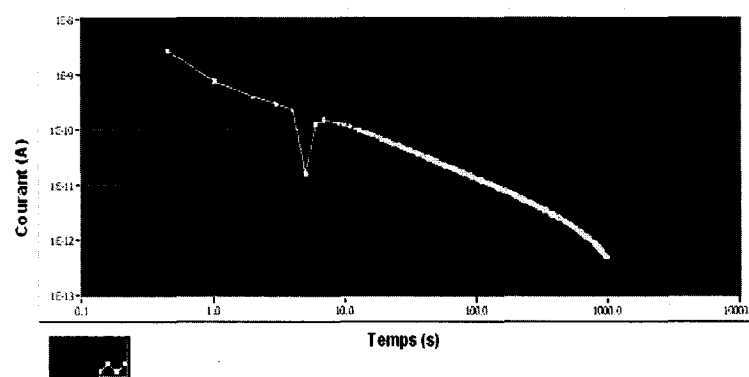


Figure 155 Mesure de courant de charge et décharge (Alumine -240Grit -40%)

Domaine fréquentielle

L'huile de transformateur :

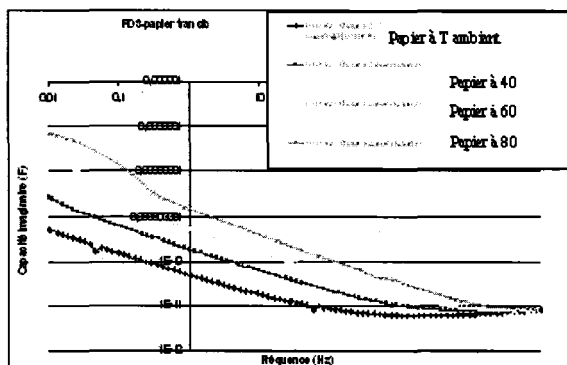


Figure 156 Mesure FDS de papier de transformateur

Comparaison de SiC-1000Grit avec de SiC-240Grit pour différent pourcentage

La figure suivante (157) représente une comparaison entre les mesures des permittivités réelles et imaginaires de SiC-240 Grit pour différents pourcentages et SiC-1000 Grit et cela pour démontrer l'importance de la taille des grains sur la conduction. En effet, la permittivité est assez élevée si la taille des grains est très fine.

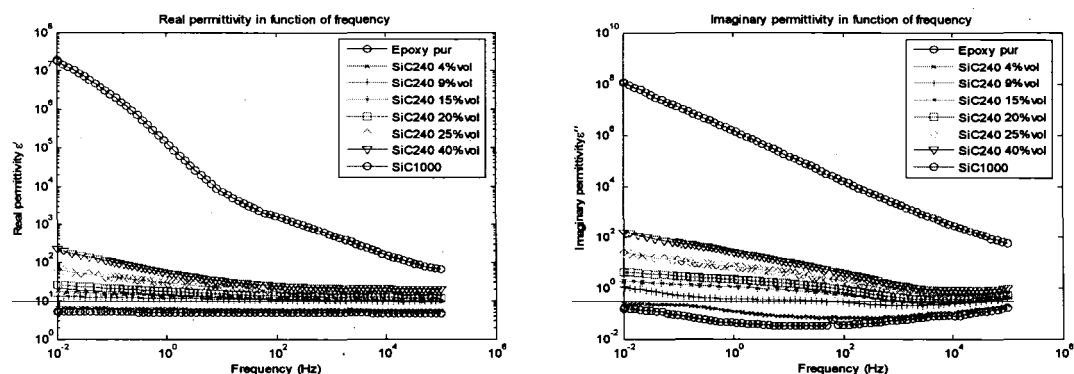


Figure 157 Permittivité réelle et imaginaire (SiC-240,1000Grit)

Comparaison de SiC-1000Grit, 320Grit, 400Grit et 240Grit à 5%

La figure suivante présente également les comparaisons des résultats expérimentaux des permittivités réelle et imaginaire entre les différentes matrices d'époxy contenant des particules de carbure de silicium de différentes grosseur et renforcé par une fraction volumique de 5%. On observe que, en basse fréquence, la permittivité est sensible en fonction de grosseur de particule et pourcentage volumique, mais en haute fréquence ces effets ne sont pas très prononcés.

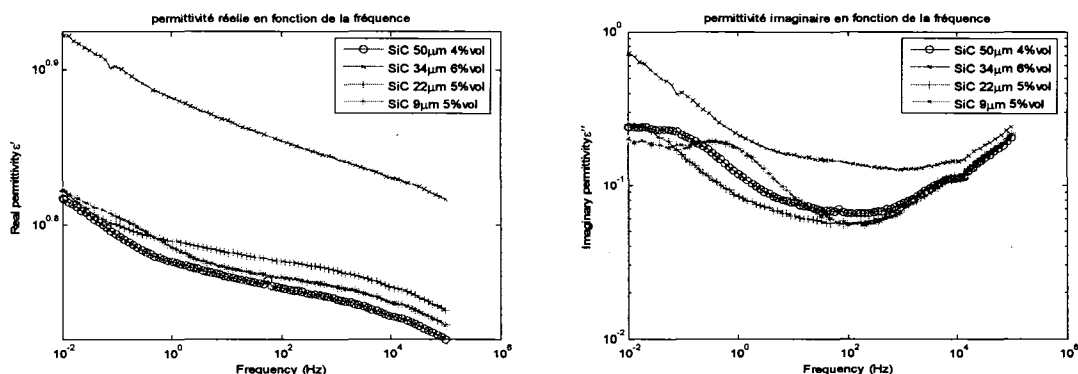


Figure 158 Permittivité réelle et imaginaire (pour 5%)

Comparaison de SiC-1000Grit, 320Grit, 400Grit et 240Grit à 10%

La figure ci-dessous montre que l'augmentation de pourcentage volumique, augmente la permittivité des matrices de grosseur important que les matrices de grosseur faible.

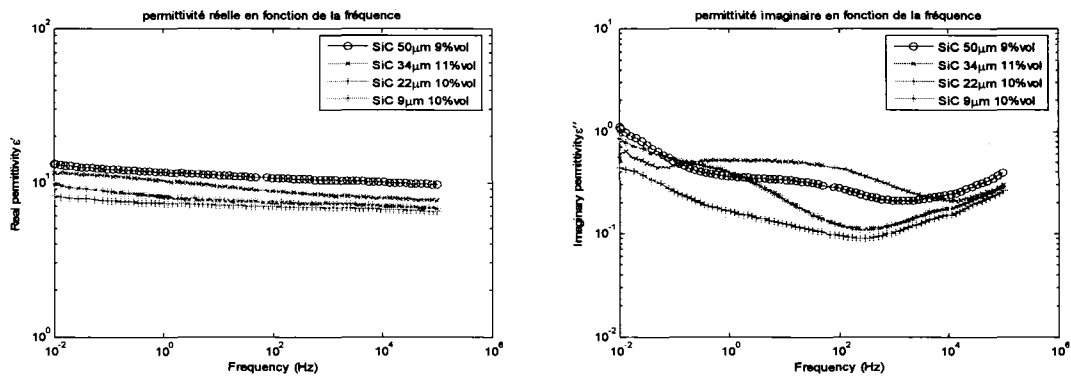


Figure 159 Permittivité réelle et imaginaire (pour 10%)

Comparaison de SiC-1000Grit, 320Grit, 400Grit et 240Grit à 15%

Les résultats illustrés à la figure 160, nous permettent de constater la sensibilité des permittivités en fonction de grosseur des particules de matrice lorsque la fraction volumique de renfort est plus élevée.

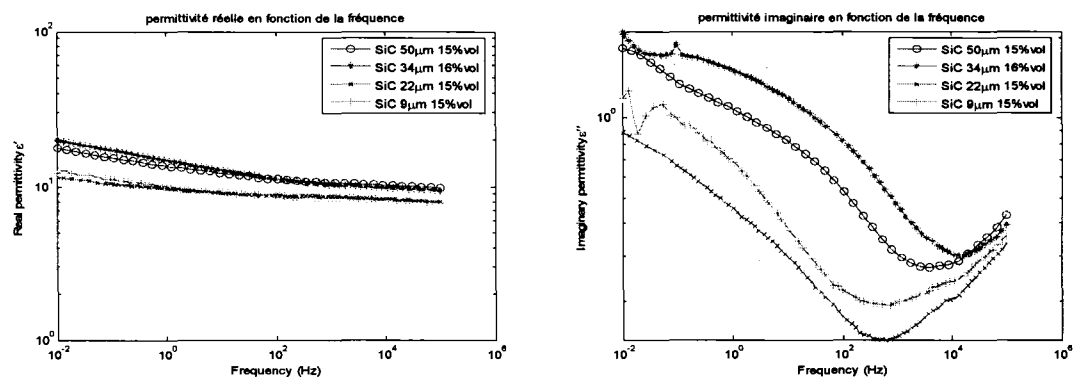


Figure 160 Permittivité réelle et imaginaire (pour 15%)

On observe un comportement opposé à celui illustré aux figures précédentes, c'est-à-dire que la permittivité augmente de façon plus prononcée pour des particules de grande taille que pour des particules de petite taille. Ce changement de comportement est de toute évidence relié à l'atteinte du seuil de percolation. En effet, pour des concentrations

inférieures aux seuils de percolation, les effets de surface semblent dominant [66] alors que pour des fractions volumiques supérieures au seuil de percolation, le nombre de contact grain - grain semble dominant.

Comparaison de SiC-1000Grit, 320Grit, 400Grit et 240Grit à 20%

La même chose que les résultats précédents, avec une fraction volumique 20% la permittivité complexe (réelle et imaginaire) croît en fonction de la grosseur des grains.

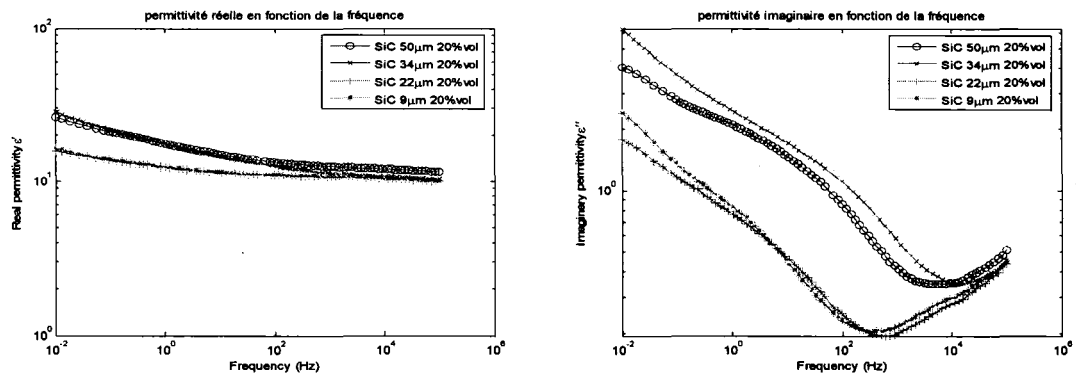


Figure 161 Permittivité réelle et imaginaire (pour 20%)

Comparaison de SiC-1000Grit, 320Grit, 400Grit et 240Grit à 25%

Pour une fraction volumique 25%, on observe que les permittivités réelle et imaginaire augmentent pour les grosseurs de matricules de 240 Grit et 320 Grit et presque égale aux précédentes pour les grosseurs des petites tailles des particules.

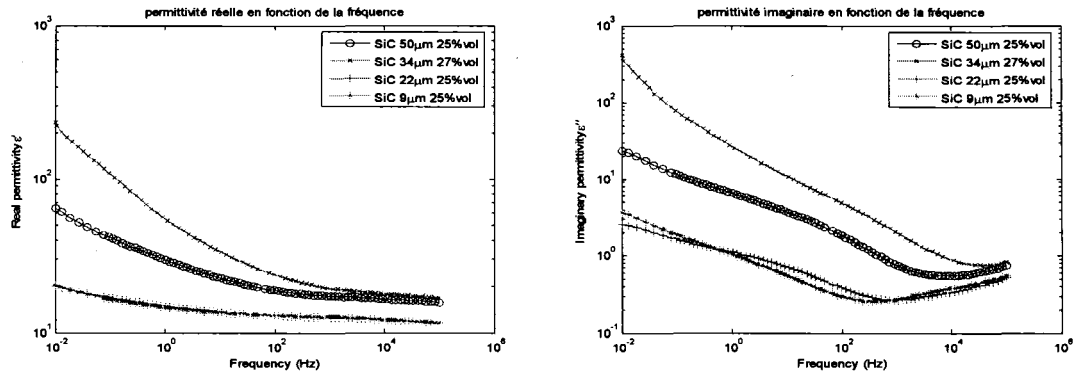


Figure 162 Permittivité réelle et imaginaire (pour 25%)

Comparaison de SiC-1000Grit, 320Grit, 400Grit et 240Grit à 40%

La même constatation que la fraction volumique de 25%. On observe que les permittivités réelle et imaginaire dans la figures ci-dessous (163) subissent une augmentation remarquable pour les grosseurs de particule de 240 Grit et 320 Grit.

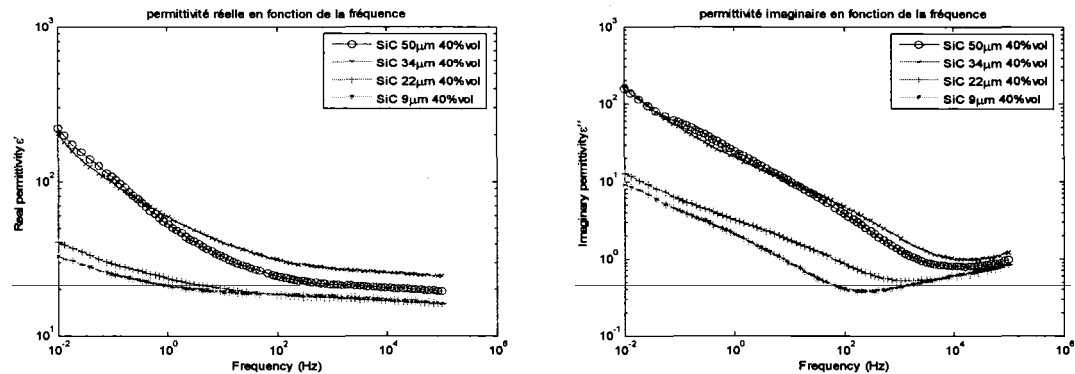


Figure 163 Permittivité réelle et imaginaire (pour 40%)

Comparaison d'alumine-1000Grit, 400Grit et 240Grit à 5%

Pour l'alumine, à 5% volumique, le particule de renfort le plus faible ayant une permittivité assez élevé par rapport au particule le plus forte. La perte diélectrique subit un seuil minimum au voisinage de 100 Hz.

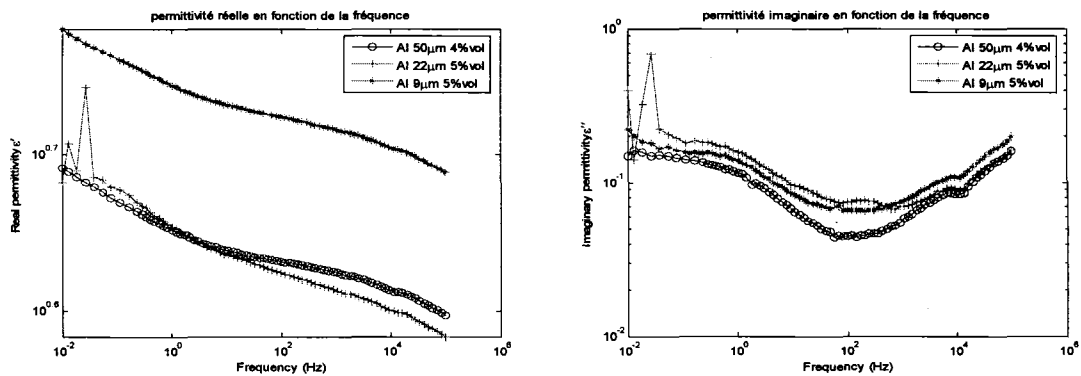


Figure 164 Permittivité réelle et imaginaire (alumine à 5%)

Comparaison d'alumine-1000Grit, 400Grit et 240Grit à 10%

À 10% volumique, les particules d'alumine ont eu une permittivité élevée notamment pour les fortes particules.

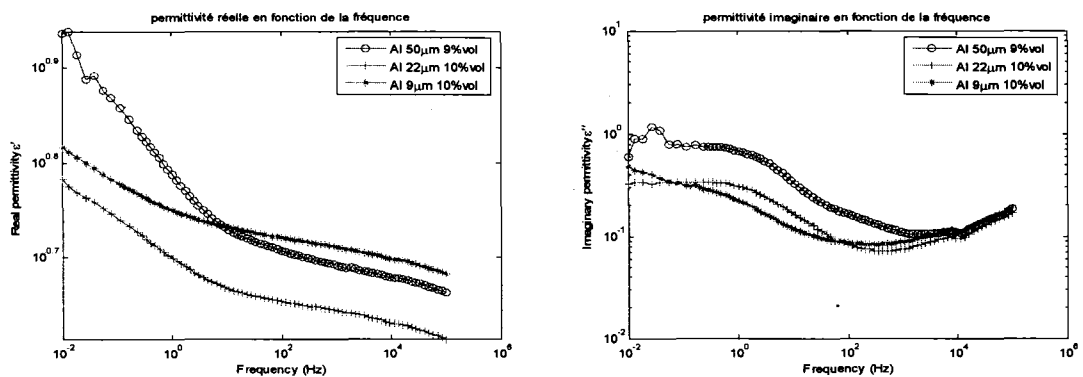


Figure 165 Permittivité réelle et imaginaire (alumine à 10%)

Comparaison d'alumine-1000Grit, 400Grit et 240Grit à 15%

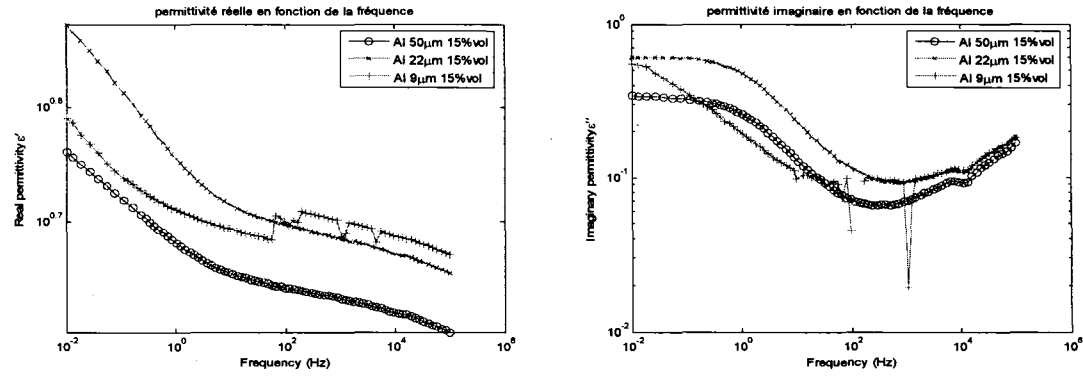


Figure 166 Permittivité réelle et imaginaire (alumine à 15%)

Comparaison d'alumine-1000Grit, 400Grit et 240Grit à 20%

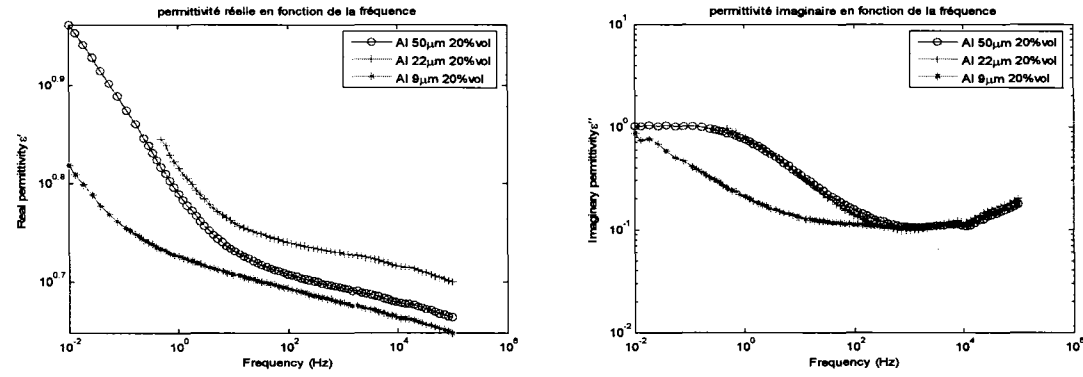


Figure 167 Permittivité réelle et imaginaire (alumine à 20%)

Comparaison d'alumine-1000Grit, 400Grit et 240Grit à 25%

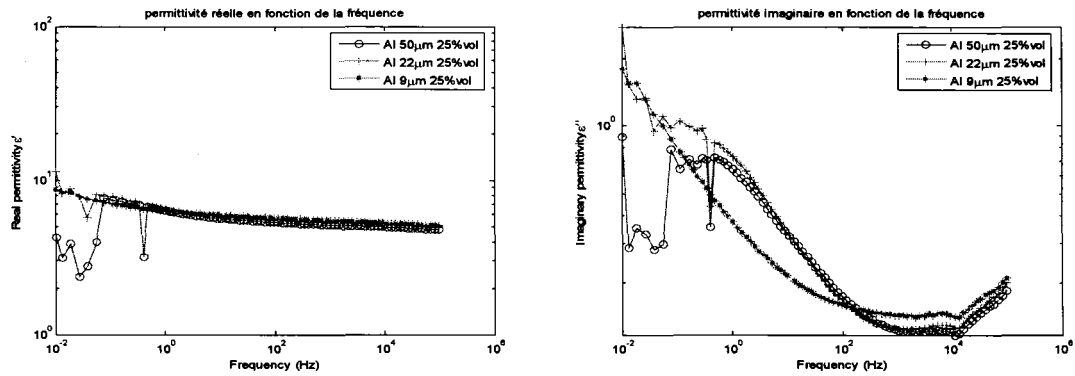


Figure 168 Permittivité réelle et imaginaire (alumine à 25%)

Comparaison d'alumine-1000Grit, 400Grit et 240Grit à 40%

Pour l'alumine à 40% volumique, le seuil minimum de perte diélectrique se déplace vers des hautes fréquences (des valeurs de l'ordre de 2000 Hz), or la permittivité réelle est quasiment stable en haute fréquence. Les deux figures suivantes montrent les variations de la permittivité complexe en fonction de la fréquence.

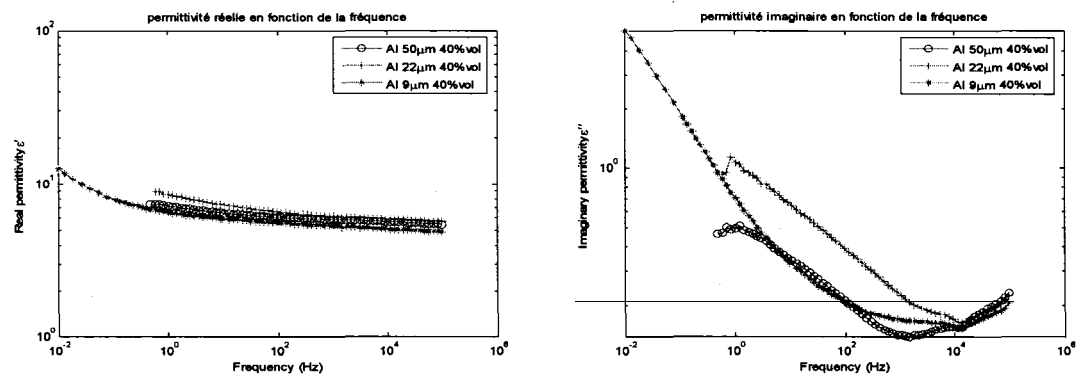


Figure 169 Permittivité réelle et imaginaire (alumine à 40%)

Modélisation de conductivité de composite avec la transformation de Hamon

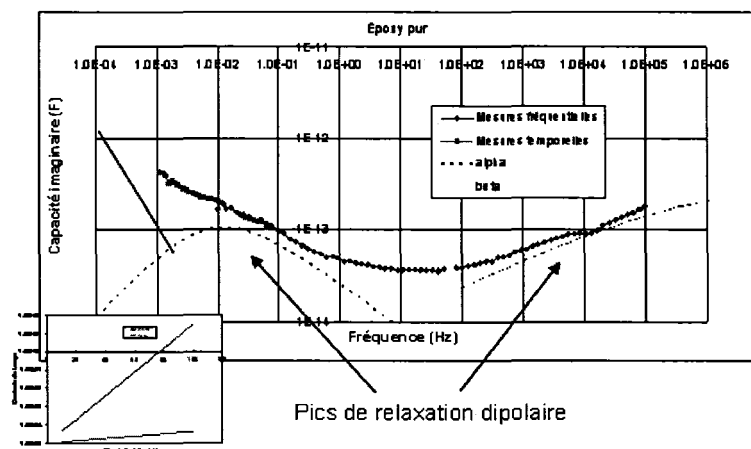


Figure 170 Pic de relaxation de matrice isolante après la transformation de Hamon des mesures temporelle avec les mesures fréquentielle.

La transformation de Hamon, nous permet de transformer les mesures temporelle en domaine fréquentielle, qui sera par la suite compare avec les mesures obtenue dans ce domaine. Pour le cas d'époxy pure, on peut constater les pics de relaxations dipolaire (figure 29 et paragraphe 4.3.2. dans le chapitre 2) notamment a basse fréquence.

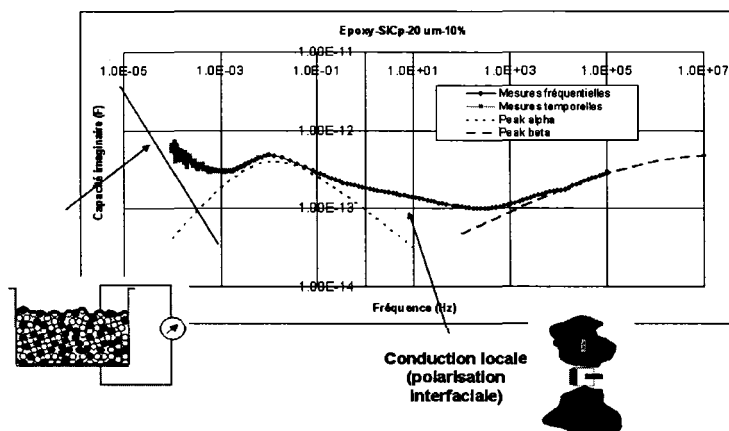


Figure 171 Conduction locale et conduction complète pour la matrice isolante renforcée par des particules

Pour le cas de composite renforcé par des particules de SiC, la polarisation interfaciale est remarquable (conduction locale), or on constate bien une conduction complète en basse fréquence.

Format des paramètres mesurés expérimentalement par la méthode FDS

Epoxy + Alumine 400 25%vol, 17.3.2005, 9:53

Diameter [mm] 2.600e+01 Thickness [mm] 4.100e+00 Spacer Capacity [pF] 0.000e+00

Spacer Area [mm²] 0.000e+00

Fixed value(s):

Freq. [Hz]	Eps' []	Eps'' []	Cp' [F]	Cp'' [F]	Tan (Delta)
1.0000e+05	4.9373e+00	1.9945e-01	5.6583e-12	-2.2857e-13	4.0396e-02
8.3333e+04	4.9554e+00	1.8674e-01	5.6791e-12	-2.1401e-13	3.7684e-02
6.9444e+04	4.9715e+00	1.8003e-01	5.6975e-12	-2.0632e-13	3.6213e-02

ANNEXE 4

TRANSPORT DE CHARGE

Transport de charge dans le cas de géométrie plan-plan

Le courant électrique correspondant au transport de charge est donné par l'équation suivante :

$$J = e \cdot \rho \cdot E \quad (\text{A-4.1})$$

Où μ est la mobilité des porteurs de charge et ρ est la densité des porteurs de charges. On peut bien entendu dans un matériau donné avoir différents types de porteurs de charge (électrons, trous, ions, ...) avec différentes mobilités. Le courant de charge total est alors la somme de la contribution de tous les porteurs de charge. Ces porteurs peuvent être déjà présents de façon intrinsèque dans un matériau donné sous forme d'électrons de conduction, comme c'est le cas pour les métaux et les semi-conducteurs. Ils peuvent également provenir d'espèces ioniques comme dans le cas des cristaux inorganiques. Dans le cas des isolants organiques, il y a très peu de porteurs de charge déjà présents dans le matériau. Par ailleurs, des porteurs de charge peuvent provenir des électrodes et pénétrer dans le matériau par injection.

Lorsqu'on applique un échelon de tension aux bornes d'un diélectrique, cette situation (l'injection) donne lieu à un régime transitoire suivi d'un régime continu. Durant le régime transitoire, la densité de charges d'espace à l'intérieur du matériau varie en fonction du temps, les charges d'espace étant injectées à partir d'une (homo injection) ou de deux électrodes (hétéro injection). Durant le régime transitoire, la variation de charge d'espace dans le matériau entraîne une variation du champ électrique (via la loi de Poisson) entraînant à son tour un courant de déplacement mesuré par le circuit extérieur. Lorsque la densité de charge d'espace s'est stabilisée, un courant de conduction constant dans le temps circule à travers le diélectrique. Différents modèles ont été proposés pour représenter ce phénomène dont le plus connu est le modèle de la conduction limitée par charges d'espace (SCLC) qui prédit une dépendance du courant

en fonction de la tension au carré. Ce modèle s'obtient facilement en considérant une géométrie unidimensionnelle :

$$J = \mu \cdot \rho \cdot E \quad \text{où} \quad \frac{dE}{dx} = -\frac{\rho}{\varepsilon} = -\frac{J}{\mu \cdot \varepsilon \cdot E}$$

Si on multiplie les deux termes par E , on aura :

$$2E \frac{dE}{dx} = \frac{d(E^2)}{dx} = -\frac{2J}{\mu \cdot \varepsilon}$$

D'où on obtient finalement :

$$E = \sqrt{-\frac{2J}{\mu\varepsilon}x + C} \quad (\text{A-4.2})$$

Le signe négatif dans la deuxième équation vient du fait que les charges injectées sont négatives. L'électrode injectrice est la cathode située en $x = d$, où d est l'épaisseur de l'échantillon. La condition d'injection libre, $E(d) = 0$, donne :

$$C = \frac{2 \cdot J \cdot d}{\mu \cdot \varepsilon}$$

En intégrant la dernière équation de (3.35) entre 0 et d , on obtient :

$$\begin{cases} \int_0^d E \cdot dx = V = \int_0^d \sqrt{\frac{2J}{\mu \cdot \varepsilon} (d - x)} dx \\ J = \frac{9}{8} \mu \cdot \varepsilon \frac{V^2}{d^3} \end{cases} \quad (\text{A-4.3})$$

On pourrait calculer le courant de conduction en régime permanent en se basant sur le fait que le courant à la cathode est donné par l'injection Schottky à la cathode. Cette condition donne l'équation suivante :

$$J = A \cdot T^2 \exp \left\{ \frac{\beta_s \sqrt{E(d)} - e\phi}{k \cdot T} \right\} \quad (\text{A-4.4})$$

Où A est la constante de Richardson, ϕ la barrière de Schottky et β_s le coefficient de Schottky. L'équation (3.37) peut être utilisée pour calculer la constante C de (3.35) au chapitre 3. Les conditions aux frontières données par l'application d'un échelon de tension peuvent ensuite être utilisées pour obtenir une équation entre J et V . De nombreuses publications rapportent des résultats illustrant le logarithme de J en fonction de $(E)^{1/2}$ en utilisant le champ géométrique. Cette approche est incorrecte parce que le champ relié à l'injection Schottky n'est pas le champ, géométrique mais le champ à la cathode. En régime transitoire, la densité de courant n'est pas constante et varie en fonction du temps et en fonction de x . Conséquemment, la densité de charges d'espace fluctue en fonction du temps suivant l'équation de continuité (A-4.5):

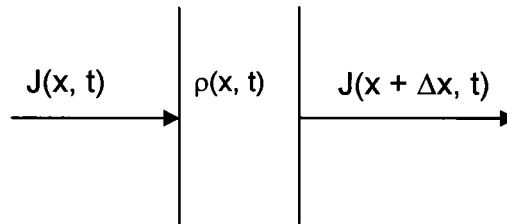


Figure 172 Variation de densité de courant, en régime transitoire

$$\frac{\partial \rho(x, t)}{\partial t} = \frac{\partial J_C(x, t)}{\partial x} \quad (\text{A-4.5})$$

Où ρ est la densité (en C/m^3) des charges négatives. En régime permanent, on peut obtenir les équations suivantes :

$$\left\{ \begin{array}{l} J_C(x, t) = \mu \cdot \rho(x, t) E(x, t) \\ \frac{\partial E(x, t)}{\partial x} = -\frac{\rho(x, t)}{\epsilon} \\ J(t) = J_C(x, t) + \epsilon \frac{\partial E(x, t)}{\partial t} \\ \frac{\partial \rho(x, t)}{\partial t} = \frac{\partial J_C(x, t)}{\partial x} \end{array} \right. \quad (A-4.6)$$

Il est à noter qu'en régime transitoire, le transport de charge entraîne un courant de déplacement et un courant de conduction, alors qu'en régime permanent le transport de charge ne correspond qu'à un courant de conduction. Quant à la polarisation, elle, correspond en tout temps à un courant de déplacement. Pour résoudre les équations ci-dessus (3.38), il est nécessaire de connaître les conditions aux limites. Comme première condition aux frontières, on peut présumer qu'avant l'application de l'échelon de tension, le matériau ne contient pas de charges d'espace.

$$\rho(x, t) = 0 \quad \text{pour } t \leq 0 \quad (A-4.7)$$

Une deuxième condition aux frontières est donnée par l'application d'un échelon de tension à l'instant zéro U_0 à $t = 0$:

$$\left\{ \begin{array}{ll} E(x, t) = 0 & \text{pour } t \leq 0 \\ \int_0^d E(x, t) = U_0 & \text{pour } t > 0 \end{array} \right. \quad (A-4.8)$$

ANNEXE 5

MÉTHODES DES MESURES FRÉQUENTIELLES

Méthode en courant continu [51]

Cette méthode est simple pour la détermination de la permittivité relative en continu, elle nécessite tout simplement la mesure de la constante de temps de décharge d'un condensateur à travers une résistance étalon avec et sans diélectrique. L'application d'une tension continue U_0 à l'instant $t_0 = 0$ aux bornes du condensateur de capacité C_0 , considéré sans perte, est connecté à une résistance R dont sa valeur très importante est mesurée à l'aide d'un multimètre. La variation de la tension mesurée U_1 correspond au temps t_1 . Soit $\tau_0 = t_1 - t_0$, donc, à partir de l'expression (A5.1) on peut déterminer la valeur de C_0 .

$$\log \frac{U_0}{U_1} = \frac{\tau_0}{C_0 \cdot R} \quad (\text{A-5.1})$$

Dans la deuxième étape, on met le diélectrique entre les plaques du condensateur, le temps τ correspond au passage de la tension à une valeur U est mesuré, on aura donc l'expression suivante :

$$\log \frac{U_0}{U} = \frac{\tau}{C \cdot R_p} \quad (\text{A-5.2})$$

Avec R_p est la résistance totale en parallèle du circuit et qui comprend entre autre l'effet de perte dans le diélectrique et qui est représenté par une résistance R_L en parallèle avec C , qui est la nouvelle capacité du condensateur.

$$R_p = \frac{R \cdot R_L}{R + R_L} \quad (\text{A-5.3})$$

Pour savoir la valeur de R_p , il est nécessaire de connecter un autre condensateur C_1 étalonné et de pertes négligeables, monté en parallèle avec C tout en considérant qu'un temps τ_1 , correspondant au passage de la tension d'une valeur U_0 à une autre valeur U donnée par l'équation (A-5.2) :

$$\frac{\tau}{C \cdot R_p} = \frac{\tau_1}{(C + C_1) \cdot R_p}$$

On aura donc :

$$C = \frac{C_1}{\left(\frac{\tau_1}{\tau} - 1\right)} \quad (\text{A-5.4})$$

Donc par substitution en (A-5.7), on peut tirer la valeur de R_p . En réalité l'utilisation de cette méthode est limitée, et sa nécessité est dans les cas où la constante de temps $C_0 \cdot R$ est assez longue pour permettre sa mesure. Généralement elle est utilisable dans les cas où le temps de décharge est de l'ordre de milliseconde ou moins, ce qui correspond à une fréquence de l'ordre de 1000 Hz.

Méthode de Cole - Cole [51]

Cette méthode est caractérisée par l'observation du courant de charge d'un condensateur contenant un diélectrique. Ce courant diminue d'une valeur initiale I_0 jusqu'à une valeur finale I_f . Cette différence s'appelle courant de fuite.

Cette méthode est simple, il suffit de mettre un condensateur de valeur C_0 en série avec une résistance de charge qui devrait être choisie afin d'obtenir une constante de temps raisonnable. Un amplificateur à courant continu sera branché aux bornes de cette résistance, la variation de tension de sortie est au même ordre de grandeur que la variation du courant demandée. La valeur du courant au bout d'un temps, assez long par rapport à la constante du temps du circuit n'est que la valeur de courant de fuite I_f .

Méthode de Schering [51]

Il existe des méthodes anciennes qui ne sont pratiquement plus utilisées de nos jours comme la méthode de Schering. Cette méthode peut être utilisée pour la mesure de la permittivité sous tension alternative, et pour une plage de fréquence allant de 10^2 à 10^7 Hz. Elle a été très utilisée dans le passé car elle permet d'une part la mesure pour des gammes de fréquences très importantes, et d'autre part la lecture directe de $\tan \delta$. La figure 173 décrit cette méthode que l'on appelle souvent le pont de Schering.

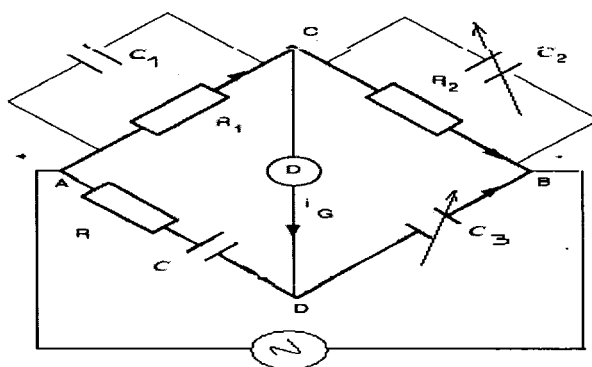


Figure 173 Pont de Schering

Le condensateur C du pont de Schering illustré à la figure 173 représente le condensateur qui contient le diélectrique et la résistance R représentant des pertes

diélectriques. Les résistances R_1 et R_2 sont choisies de façon égale. C_2 et C_3 sont des condensateurs étalons calibrés et C_1 est la capacité parasite (généralement négligeable). Au début, et sans diélectrique, $C = C_0$ et les pertes diélectriques sont nulles $R = 0$. Si les valeurs des résistances R_1 et R_2 sont égales, on aura donc à l'équilibre:

$$C_0 = C_3 \text{ et } C_2 = 0 \quad (\text{A-5.5})$$

Si on considère que le diélectrique est en place cette fois-ci, les équations seront $C = C_3$ et

$$R = \frac{R_1 \cdot C_2}{C_3} \quad (\text{A-5.6})$$

L'objectif de cette méthode est de déterminer la valeur de $\tan \delta$. Avec $\tan \delta = \omega \cdot R \cdot C$, on constate que :

$$\tan \delta = \omega R_2 C_2 = \frac{1}{\tan \delta_2} \quad (\text{A-5.7})$$

D'où la valeur de C_2 sera étalonnée en $\tan \delta$. La valeur de la permittivité réelle est $\epsilon' = \frac{C}{C_0}$. De plus, on obtient $\tan \delta = \frac{\epsilon''}{\epsilon'}$.

Les deux équations (A-5.4) et (A-5.5) permettent l'observation des valeurs de permittivité à la fréquence choisie. Mais dans le cas où C_1 est de valeur non négligeable ($C_1 \neq 0$), on aura d'autres équations d'équilibre, tel que :

$$C = \frac{C_3 \cdot R_2}{R_1 \cdot (1 + \omega^2 \cdot C_1 \cdot C_3 \cdot R_2 \cdot R)}, \text{ et } R = R_1 \cdot \frac{C_2}{C_3} - \frac{C_1}{C} \quad (\text{A5.8})$$

Méthode de mesure pour des fréquences élevée

L'augmentation des effets de capacité parasites pour des gammes de fréquences assez élevées ($10 \text{ MHz} \leq f \leq 100 \text{ MHz}$) ne permettent pas l'utilisation des méthodes étudiées ci-dessus, d'où le besoin d'autres méthodes à haute fréquence tel que l'utilisation des circuits résonnants. Initialement et après avoir enlevé le diélectrique, le circuit est amené à la résonance par le biais de capacités montées en parallèle avec la cellule de mesure (voir figure 174). Cette méthode du circuit résonnant permet des mesures faciles et précises de la partie réelle de la permittivité, avec la possibilité d'une perte suffisamment faible pour permettre un ajustement précis des circuits. [51]

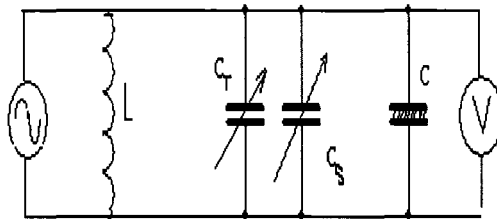


Figure 174 Montage pour la méthode par résonance

La figure 2 représente un système à électrode micrométrique, utilisé pour déterminer la permittivité à hautes fréquences. La capacité C est en parallèle avec un enroulement L connecté à la source de tension. On ajuste d'abord la capacité ajustable, C_T , tout en observant le voltmètre jusqu'au son indiquant une valeur maximale. Après avoir placé un diélectrique dans le circuit, on ajuste ensuite la capacité C_s jusqu'à ce que l'indication du voltmètre tombe à une valeur égale à $\frac{1}{\sqrt{2}}$ de sa valeur crête, c'est-à-dire de part et d'autres de la résonance.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] U. Gäfvert, « Condition Assessment of Insulation Systems, Analysis of Dielectric Response methods », Nordic Insulation Symposium, pp. 1-20, 1996.
- [2] P. Werelius, P. Tharning, R. Eriksson, B. Holmgren, U. Gafvert, « Dielectric Spectroscopy for Diagnosis of Water Tree Deterioration in XLPE Cables », IEEE Trans. on Dielectr. and Electr. Ins., Vol. 8, pp. 27-42, 2001.
- [3] S.M. Gubanski et al., « Dielectric Response Methods for Diagnostics of Power Transformers », IEEE Electr. Ins. Mag., Vol. 19, pp. 12-18, 2003.
- [4] E. David, R. Taghizad, L. Lamarre, D.N. Nguyen, « Investigation on the Low Frequency Dielectric Response of Ground-wall Insulation of Rotating Machine Windings », 2003 Annual Report, CEIDP, pp. 157-160, 2003.
- [5] R. Morin, R. Bartnikas, P. Ménard, « A Three-Phase Multi-Stress Accelerated Electrical Aging Test Facility for Stator Bars », IEEE Trans. on Energy Conversion, Vol. 15, pp. 149-156, 2000.
- [6] E. David, L. Lamarre, D.N. Nguyen, « Low Frequency Dielectric Response of Epoxy-Mica Insulated Generators bars during Multi-Stress Aging », IEEE Trans. on Dielectr. and Electr. Insul., to be published.
- [7] T.C. Chapman, H.J. Wintle, « Dielectric absorption currents and surface charge on polymeric insulators », J. Appl. Phys., Vol. 51, pp. 4898-4904, 1980.
- [8] E.David, L. Lamarre, D.N.Nguyen, « The Use of Time Domain Spectroscopy as a Diagnostic Tool for Rotating Machine Windings », Conference Record of the 2002 International Symposium on Electrical Insulation, pp. 506-510, 2002.
- [9] R.M.Rux, « High-Voltage DC Tests for Evaluating Stator Winding Insulation: Uniform Step, Graded Step, and Ramped Test Methods », 1997 Annual Report, CEIDP, pp. 258-262, 1997.
- [10] M.Farahani, H.Borsi, E. Gockenbach, « Dielectric Spectroscopy in Time and Domain on Insulation System of High Voltage Rotating Machines », 2004 International Conference on Solid Dielectrics, 2004.
- [11] IEEE Std 43-2000, « *IEEE Recommended Practice for Testing of Insulation Resistance of Rotating Machinery* ».

- [12] R. Goffaux, « *Sur la signification physique des critères caractérisant l'état de l'isolation HT de machines tournantes* », Rev. Générale de l'Électricité, 2, pp. 1-9, 1986.
- [13] R. Goffaux, « *Une nouvelle métrologie en tension continue de l'isolation des bobinages des machines électriques* », Brochure publicitaire, 1986.
- [14] Von Hippel A., « *Dielectric Materials and Application* », Artech House, Boston, London, 438 p., 1954.
- [15] K.M Jager, Borealis AB « *Conducting and Reinforcing Carbon Black Networks in Semi conductive Materials* » International conference on solid dielectrics, Toulouse, France, juillet 5-9, 2004
- [16] J. D. Jackson: « *Classical Electrodynamics* », Second Edition, John Wiley & Sons Inc., USA, 1975.
- [17] Jonscher A.K., « *Dielectric Relaxation in Solids* », Chelsea Dielectric Press, London, 380p., 1983.
- [18] A. Helgeson, U. Gäefvert, « *Dielectric Response Measurements in Time and Frequency Domain on High Voltage Insulation with Different Response* », Proc. Of int.Symp. on Elec. Insu. Material, 1998, pp. 393-398.
- [19] V. Der Houhanessian, « *Measurement and Analysis of dielectric response in Oil-Paper Insulation System* », PhD thesis, Swiss Federal Institute of Technology, ETH, No. 12832, Zurich, 1998.
- [20] CIGRÉ Working Group 15.01 Task 09, « *Dielectric Response Methods for Diagnostics of Power Transformers* », *Electra*, pp. 24-37, June 2002.
- [21] Mopsik F.I., « *The Transformation of Time-Domain Relaxation Data into the Frequency Domain* », IEEE Trans. On Electr. Ins. Vol. EI-20, pp. 957-964, 1987.
- [22] St-Onge H, « *Electrical Conduction in 3-Percent Carbon-Filled Polyethylene-Part I: Low-Field Results* », IEEE Trans. Electr. Insul., Vol. EI-11, pp. 20-27, 1976.
- [23] Johnson G.E., Anderson E.W., Link G.L., McGall D.W., « *Fourier Transform Dielectric Spectrometer* », Am. Chem. Soc. Div. Org. Coat. Plast. Chem. Pap., Vol. 35, pp. 404-409, 1975.

- [24] Hamon B.V., « An approximate Method for Deducing Dielectric Loss Factor from Direct-current Measurements », Proc. IEE, Vol. 99, pp. 151-5, 1952.
- [25] IEEE Std. 95-1977, ``Recommended Practice for Insulation Testing of Large Rotating Machinery with High Direct Voltage``, IEEE, Piscataway, NJ, 08855.
- [26] L.M. Rux, « Ramped High Voltage DC Testing of Large Rotating Machine Stator Windings », Proceedings of the Sixty-Third Annual International Conference of Doble Clients, pp. 7-8.1 to 8.8, 1996.
- [27] Bureau of Reclamation, « Testing Solid Insulation of Electrical Equipment», Facilities Instructions, Standards & Techniques, Vol. 3-1, Denver, Colorado, December 1991.
- [28] Ilstad E., Gäfvert U., Tharning P., « Relation Between Return Voltage and Other Methods for Measurements of Dielectric Response », CEIDP Annual Report, pp. 25-28, 1994.
- [29] S. Hvidsten, « Nonlinear Dielectric Response of Water Trees XPLE Insulation », Dr. Ing. Thesis, NTNU, ISBN 82-471-0433-4, 1999.
- [30] Kuschel M., Plath R., Stepputat I., Kalkner W., « Diagnostic Techniques for Service-Aged XPLE-Insulated Medium Voltage Cables », Jicable, pp. 504-508, 1995.
- [31] David E., Lamare L., « Aperçu des activités de recherche sur le projet conjoint IREQ-UQTR ayant eu lieu à l'IRH de l'UQTR de 1997 à 1998 », Rapport IREQ-98-208, 1998.
- [32] Ross. C.W., Curdts E.B., « The recognition of Possible Measurement Errors in D-C Dielectric Testing in the Field », AIEE Trans. On Instr. And Measurements, Vol. 55-456, pp.630-637, 1995.
- [33] A.K. Jonscher, *Dielectric relaxation in solids*, Chelsea Dielectrics Press, 1983.
- [34] E.David, L.Lamarre, « Mesures ITERG sur les enroulements statoriques de la Maquette du laboratoire grande puissance », rapport interne, IREQ-99-132, 1999.
- [35] E.David, L. Lamarre « Centrale Cadillac : mesures ITERG sur les enroulements statoriques et rototiques du groupe 01 », rapport interne, IREQ-99-174, 1999.

- [36] J.J O'Dwyer, The Theory of Electrical Conduction and breakdown in Solid Dielectrics, Oxford University Press, London, 1973.
- [37] R.Coelho, B. Aladenize, Les diélectriques, Éditions Hermès, 1993.
- [38] R.Goffaux, communication privée lors d'une rencontre en octobre 1999.
- [39] L. Lamarre, « Progrès dans les méthodes ITERG, TESTERG et ZERG : Visite au Professeur Raoul Goffaux », Rapport IREQ-99-1999, 1999.
- [40] R.Goffaux, « Analyse ITERG sur un moteur asynchrone 6,6 kV-8,1 MW-4P », Communication privée, 1999.
- [41] R. Goffaux « Analyse ITERG du groupe 2 de la centrale C001 », communication Privée, 1998.
- [42] R. Goffaux , note de cours de la théorie fondamentale des matériaux diélectriques.
- [43] Francis Cottet « LabVIEW, programmation et applications » Dunod, paris 2001.
- [44] Robert Fournier « Les isolants en électrotechnique, concepts et théories », Éditions eyrolles, Paris 1986.
- [45] Alain CORNET, Françoise HLAWKA « Propriétés et Comportements des Matériaux du microscopique au macroscopique ». Ellipses édition Marketing 2003.
- [46] Y. SURREL Y. Surrel, A. Vautrin, G. Verchery « Analyse et Conception des Structures en matériaux composites ».
- [47] ANSI/IEEE STD 43-1974, « IEEE Recommended Practice for Testing Insulation Resistance of Rotating Machinery », reaffirmed in 1984.
- [48] R. Bartnikas « ENGINEERING DIELECTRICS», Electrical Properties of Solid Insulating Materials: Measurement Techniques STP 926, ASTM (PCN): 04-926000-21.

- [49] A. DABBAGUI, E. DAVID, I. DUBREUIL and J. MASOUNAVE «Electrical Measurements Used as Nondestructive Evaluation Technique for the Characterization of Micro-Size Particle Reinforced Polymeric Matrix Composites». Mesomecanics-2005, montreal 1-4august, PP81-86.
- [50] E. Tuncer, Y. V. Serdyuk, S. M. Gubanski, « Dielectric Mixtures: Electrical Properties and Modeling » IEEE transaction on dielectrics and electrical insulation, vol.9 No.5 october 2002.
- [51] J.C. Anderson « DIELECTRIQUES », paris 1966
- [52] Isabelle Dubreuil, «Analyse d'échantillons à matrice polymérique et à Particules», Projet de synthèse, École de Technologie Supérieure, décembre 2004.
- [53] American society for testing and materials ASTM standard D 257 – 93, Standard Test method for DC resistance or conductance of insulating materials.
- [54] American society for testing and materials ASTM standard D 150, Annual book of ASTM standard 1994, Vol. 10.01, D150 (1994).
- [55] Walter S. Zaengl « *Dielectric spectroscopy in Time and Frequency domain for HV, Power Equipement, Part I: theoretical Considerations* », IEEE electrical Insulation Magazine, septembre/octobre 2003- Vol.19, No.5.
- [56] www.sefelec.com/fr/documents/dielectrique
- [57] A. Schonhals « *Dielectric Spectroscopy on the Dynamics of Amorphous Polymeric Systems* » novocontrol, Application Note Dielectric, VI3.2, berlin, Germany (www.novocontrol.ca)
- [58] www.ni.com/seminaire
- [59] KEITHLEY Instruments, Inc, « *Model 6517A Electrometer* », User's Manual Ohio, USA, May, 2003, www.kethly.com.
- [60] National Instrument, www.ni.com
- [61] C. Önnby, E. Mårtensson, U. Gäfvert, A. Gustafsson, L. Palmqvist « *Electrical Properties of field Grading Materials influenced by the Silicon Carbide Grain*

- Size » 2001 IEEE 7th International conference on solid dielectric, june 25-29, 2001, eindhoven, the Netherland.
- [62] W. S. Zaengl « *Application of Dielectric Spectroscopy in Time and Frequency Domain for HV Power Equipment* » IEEE Electrical Insulation Magazine, November/December 2003 – Vol. 19, No. 6
 - [63] A. Fukuda, « *the influence of water absorption on dielectric properties of cycloaliphatic epoxy resin* » Int. conf. on properties and app. Of Dielectric Materials. Seoul korea 1997, pp.58-61.
 - [64] P. S. Neelakanta « *Complex permittivity of a conductor-loaded dielectric* » J. Phys.: Condens. Matter 2 1990, pp.4935-4947.
 - [65] E. Tuncer « *Structure – property relationship in dielectric mixtures: application Of the spectral density theory* » JJ. Phys. D: Appl. Phys. 2005, pp.223-234.
 - [65] E. Martensson, U. Gafvert « *Three – dimentional impedance networks for Modelling frequency dependent electrical properties of composite materials* » J. Phys. D: appl. Phys. 2003, pp.1864-1872.
 - [66] J. Brunette, E David, A. Thorel, J. Masounave « *Nondestructive Evaluation (NDE) of Thermo-formed Polymer Composites Reinforced by Particles* » pour Publication dans Reseanchin Nondestructive Evaluation.
 - [67] E David, système de Mesure
 - [68] Huile de transformateur de type Voltesso 35
 - [69] E. David, C. Guddemi, L. Lamarre « *Rapport sur les essais de Laboratoire ITERG-10KV* », IREQ – 2004 -175 C, 2004.
 - [70] S. Yamanaka, H. Kawamura, M. Ezoe, M. Tada « *frequency Dependence of Dielectric Properties for Water Absorbed Epoxy Resin Filled with Silica* » High Voltage Engineering Symposium, 22-27 august 1999, conference Publication No, 467 ©IEE, 1999.
 - [71] A. Boudenne, L. Ibos, M. Fois, J.C. Majesté, E Géhin « *Electrical and thermal behavior of propylene filled with copper particles* » Composites Part A: applied Science and manufacturing, ELSEVIER, SCIENCE @ DIRECT, 2005.
 - [72] I. Alig, W. Jenninger « *Curing Kinetics of Phase Separating Epoxy Thermosets Studied by Dielectric and Calorimetric Investigations: A Simple Model for the*

Complex Dielectric Permittivity » Journal of Polymer Science: Part B: Polymer Physics, Vol. 36, 2461-2470, 1998.

- [73] B. Noir home, E. David, H. Garbi, M.C. Lessard, R. Boissonneau « *Application of Dielectric Response Techniques for the Condition Assessment of power Transformers* » CEIDP, 2005, pp. 273-276.
- [74] K. Kaneko, Y. Suzuoki, T. Mizutani « *A Numerical Consideration of the Effects of Antistatic Agent on Electrical Conduction in Polythylene* » Jpn J. Appl. Phys., 28, pp. 1882 – 1886, 1989.
- [75] S. Orlowska « *Conception et prédiction des caractéristiques diélectriques des Matériaux composites a deux et trois phases par la modélisation et la validation Expérimentale* » thèse de doctorat, École centrale de Lyon., janvier 2003.
- [76] Daniel V.V., « *Dielectric Relaxation* », Academic Press, London, New York, 277 p.,1967.